Aix-Marseille

THESE PRESENTEE A

L'UNIVERSITE DE PROVENCE

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR - INGENIEUR

par

Méhdi TAHERI

Ingénieur de la Faculté Technique de TEHERAN

RADIOMETALLOGRAPHIE. - Etude notamment en méthode X de Schulz, du fluage - restauration de l'aluminium. Rôle de la dimension des grains, déformation et migration des frontières.

Soutenue le 10 Janvier 1972 devant la Commission d'Examen

Jury MM. L. CAPELLA Président

J. CABANE
H. J. LATIERE } Examinateurs.
F. MINARI

N° d'ordre 65 64

T H E S E P R E S E N T E E A

L' U N I V E R S I T E D E P R O V E N C E

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR - INGENIEUR

par

Méhdi TAHERI

Ingénieur de la Faculté Technique de TEHERAN

RADIOMETALLOGRAPHIE. - Etude notamment en méthode X de Schulz, du fluage - restauration de l'aluminium. Rôle de la dimension des grains, déformation et migration des frontières.

Soutenue le 10 Janvier 1972 devant la Commission d'Examen

Jury MM. L. CAPELLA Président

J. CABANE
H . J. LATIERE } Examinateurs.
F. MINARI

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE DE PROVENCE

Doyens honoraires :

MM. J. MARCHAUD
C. CORROY
P. CHOUX

Professeurs honoraires :

MM. J. MARCHAUD
C. PETIT
J. BOSLER
A. TIAN
L. MARGAILLAN
P. BENOIT
H. CABANNES
P. CHOUX
G. LIANDRAT
R. CERIGHELLI
C. CORROY
L. ROYER
P. VINCENSINI
R. MOLINIER
H. PRAT

Président :

Mr. F. BOREL

Secrétaire principal honoraire :

Mr. H. LANFRANCHI

Secrétaire général :

Mr. C. MOYNAULT

Professeurs :

MM. J. VALENSI	Mécanique expérimentale des fluide
P. ROUARD	Physique générale
P. DESNUELLE	Chimie biologique
M. MERIGOUX	Physique industrielle
C. FEHRENBACH	Astronomie

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41545827_0021

A. FAVRE	Mécanique de l'atmosphère et météorologie
A. GUILLEMONAT	Chimie industrielle
G. CARPENI	Chimie
Y. DOUCET	Physique
J.M. SOURIAU	Méthodes mathématiques de la physique
J. METZGER	Chimie
L. FOURES	Mathématiques
D. MALE	Physique
G. BODIOU	Mathématiques appliquées
M. NAUDET	Chimie des corps gras
P. BOUSQUET	Physique
P. PESTEIL	Physique
P. CASAL	Mécanique rationnelle et appliquée
G. GOUVERNET	Géologie appliquée
A. VISCONTI	Physique théorique
A. BLANCHARD	Mathématiques générales
M. DUSSARDIER	Physiologie animale
M. PERROT	Physique
P. QUEZEL	Botanique
E. CRAUSSE	Physique [Avignon]
A. JULG	Chimie théorique
S. TAXY [Mme]	Géologie historique
F. TESSIER	Géologie générale
M.L. FURNESTIN [Mme]	Biologie animale
M. BERTRAND	Chimie
J. TROMPETTE	Physique
M. LAFFITTE	Chimie
R. FRAISSE	Mathématiques
C. BLANCHARD [Mme]	Mathématiques
R. NEGRE	Biologie végétale
R. COULON	Physique
R. KERN	Minéralogie
L. SIDERIADES	Physique
J.M. SURZUR	Chimie organique
M. CHANTREL	Physique de l'espace
J. SOUGY	Géologie
J. HERVE	Electronique
H. BODOT	Chimie
J. CHOUTEAU	Physiologie animale
R. PHILIP	Physique
L. CAPELLA	Minéralogie
P. BILLARD	Mathématiques
M. BONNEAU	Mathématiques
J.C. TRAYNARD	Chimie industrielle
C. CLARION [Mlle]	Mécanique des fluides
A. PONS	Botanique
A. GIRARDIE	Zoologie
J.C. MAIRE	Chimie
M. SIMON	Physiologie animale
J. MANDELBROJT	Physique
J.P. DAVID	Physique
M. BIZOUARD	Physique

Professeurs sans chaire :

MM.	R. AMAR	Zoologie
	L. DEVEZE	Biologie marine
	F. BOREL	Technique mathématique de la physiqu
	R. CHANDEBOIS [Mlle]	Biologie animale
	H. GUENOCHE	Mathématiques appliquées
	F. PECAUT [Mme]	Mathématiques [Avignon]
	J. HENNEQUIN	Electronique
	S. GUEIRARD [Mlle]	Pétrographie
	C. FEUGEAS	Chimie
	J. CABANE	Chimie
	G. RASIGNI	Physique
	S. COMBET	Chimie
	R. GARRON	Physique expérimentale
	M. CADILHAC	Physique
	B. WAEGEL	Chimie
	G. MARCHIS-MOUREN	Chimie biologique
	F. HALBWACHS	Physique [Avignon]
	R. PETIT	Physique
	M. HUGON	Psychophysiologie
	C. ROMAN	Physiologie animale

Maitres de conférences :

MM.	H. PATIN	Chimie
	M. PICHENOT [Mlle]	Physiologie végétale
	M. GILLET	Physique
	J.P. ROGGERO	Chimie [Avignon]
	J. CRESP	Biologie animale
	L. SARDA	Biochimie
	M. BENARROCHE	Physique
	H. TACHOIRE	Chimie
	J.P. BELAICH	Chimie
	A. GILLET	Mathématiques
	E. VINCENT	Chimie
	L. VICENTE	Biologie animale
	S. MARTINUZZI	Physique
	J. MANUCEAU	Mathématiques
	R. GUERMEUR	Physique
	M. DELAAGE	Biochimie
	F. CATZIGRAS [Mlle]	Géologie
	M. SIRUGUE [Mme]	Physique
	H. MERDY	Physique
	L. PUJOL	Chimie
	A. LAVAGNE	Biologie végétale
	J. GIUDICELLI	Biologie animale
	M. FOUGEREAU	Biochimie
	G. NOAT	Physiologie végétale
	R. BOUDET	Mathématiques
	G. FARDOUX	Chargé d'enseignement, Mathématique
	B. BALLET	Chargé d'enseignement, Mathématique
	R. STREIFF	Chimie

P. NEVILLE	Biologie végétale
J.P. SOUBLIN	Mathématiques
S. DELACHE	Mathématiques

A l'issue de ce travail réalisé au Laboratoire de Physique Métallurgique (Radiométallographie) du Centre de Recherches Physiques de Marseille (C.N.R.S.) nous tenons à remercier :

Monsieur le Professeur L. CAPELLA qui a accepté de présider le Jury d'examen.

Monsieur le Professeur CABANE et Monsieur MINARI qui ont bien voulu examiner les résultats de notre étude.

Messieurs Vogel Directeur du Centre de Recherches Physiques et Michaud Directeur Adjoint (Directeur du Laboratoire de Physique Métallurgique) (Radiométallographie) qui nous ont permis de travailler dans leur laboratoire.

Messieurs Latière Directeur de Recherche Titulaire et Grange chargé de Recherche, qui nous ont dirigé dans nos recherches .

TABLE DES MATIERES

I - INTRODUCTION - ETUDES ANTERIEURES.

I-1 Fluage aux basses températures 2

I-2 Fluage aux températures intermédiaires 4

I-3 Fluage aux hautes températures 7

I-4 Equation générale 13

I-5 Modifications de structure dues au fluage - restauration 14

II - BUT DE L'ETUDE ET METHODES.

II-1 But de l'étude 14

II-2 Méthodes utilisées

II-2-1 Machine de traction - Principe et mécanisme 14

II-2-1-1 Contrainte 16

II-2-1-2 Chauffage et contrôle thermique 16

II-2-1-3 Mesure de l'allongement 16

II-2-1-4 Calcul de la contrainte appliquée sur l'éprouvette par une charge donnée..... 17

II-2-2 Eprouvettes utilisées 19

II-2-3 Obtention des éprouvettes à différentes grosseurs de grains 21

II-2-4 Détermination de la température vraie de l'éprouvette pendant le fluage..... 23

II-2-5 Observation des éprouvettes avant et après fluage 24

II-2-6 Méthode utilisée pour examiner la surface d'un monocristal au moyen d'un tube microfoyer de Rayons X. (Méthode de Schulz) 24

III - ESSAIS PRELIMINAIRES 28

IV - OBSERVATIONS SUR LES COURBES DE FLUAGE

IV -1 Effet de la température sur la courbe de fluage stationnaire 31

IV -2 Influence de la grosseur des grains sur la courbe de fluage stationnaire..... 33

IV -3 Influence de la contrainte sur la courbe de fluage stationnaire 36

V - EXAMEN PAR RAYONS X ET PAR MICROSCOPIE 40

VI - FLUAGE D'UN GROUPE D'EPROUVETTES :(99,95 % DE PURETE)

VI -1 Observations des courbes obtenues 42

VI -2 Changements de structure au cours du fluage..... 44

VI - 2 -1 Joint de grain, observation au microscope 44

VI - 2 -2 Migration aux joints de grain au cours du fluage 64

VI - 2 -3 Changements structuraux dans le grain au cours du fluage, observation au microscope et par Rayons X 66

VII - CONCLUSION 80

VIII - BIBLIOGRAPHIE 83

* *
*

I - INTRODUCTION - ETUDES ANTERIEURES.

On appelle de façon générale " fluage " (creep) la déformation que subit un matériau que l'on soumet aux effets simultanés d'une charge (ou contrainte) constante et d'un maintien à température constante en fonction du temps.

La première étude du fluage en fonction du temps a été faite par PHILLIPS(1) qui a donné, pour le premier stade du fluage des substances non homogènes l'équation suivante :

$\ell = \alpha + \beta \log t$

ou α et β sont des constantes.

et ℓ la longueur de l'éprouvette à un instant t.

Suivant le domaine de température que l'on choisit pour effectuer les essais, on peut distinguer 3 types principaux de fluage :

- le fluage logarithmique ;
- le fluage - restauration ;
- le fluage - diffusion.

Dans le cas des cristaux, l'effort appliqué fait subir à l'échantillon considéré divers modes de déformation plastique (écrouissage). L'effet de la température est d'éliminer plus ou moins, de compenser, l'effet de la contrainte (restauration).

Les divers types de fluage se caractérisent généralement par le rapport : $\frac{T}{Tf}$ où T est la température absolue de l'essai de fluage Tf la température absolue de fusion du métal.

ANDRADE (2,3) a proposé une formule plus générale sous la forme : $\ell = \ell_o (1 + \beta t^{1/3}) \exp (Kt)$ où β et K sont des constantes et ℓ_o, la longueur de l'échantillon au moment de l'application de la contrainte. Lorsque K = 0 : cas de fluage transitoire :

$$\frac{d\ell}{dt} = 1/3\, \ell_o \beta t^{-2/3}$$

et lorsque $\beta = 0$, fluage stationnaire

$$\frac{1}{\ell} \frac{d\ell}{dt} = K$$

D'autre part, COTTRELL (4) a montré que, en négligeant la déformation initiale " instantanée ", on pouvait représenter de façon convenable les courbes de fluage déformation - temps par l'équation :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \varepsilon' = a\, t^{-n} \qquad (1)$$

ε' = vitesse de déformation

t = temps

a et n : constantes, avec $0 < n < 1$; (a) augmente quand les variables températures et temps augmentent.

Mais, nous pouvons ajouter, d'après les résultats de nos expériences, que (a) est aussi une fonction de la grosseur des grains.

I - 1- Fluage aux basses températures :

$$0 < \frac{T}{Tf} < 0{,}3$$

Il correspond, d'après COTTRELL, au cas $n = 1$. L'intégration de (1) donne alors :

$$\varepsilon = \alpha \, \mathrm{Log}\, t + C$$

L'allongement est proportionnel au logarithme du temps ; c'est le fluage logarithmique ou fluage α. Ce fluage est également exprimé par la formule suivante (5) :

$$\varepsilon_\alpha = \varepsilon_0 + \alpha \left[\mathrm{Log}\ (\gamma t + 1)\right]^S$$ où α et γ sont des constantes et S varie de 1 pour les métaux purs à $\frac{2}{3}$ pour les alliages.

Cette formule s'applique au Cu et à l'Al polycristallins à une température inférieure à environ 200°k . C'est le phénomène de basses températures où la restauration n'intervient pas et où la déformation reste faible et ne conduit pas à la rupture de l'échantillon.

La vitesse de fluage diminue constamment au cours du temps car la déformation provoque un écrouissage (durcissement) croissant du métal.

Le fluage logarithmique intervient aux basses températures pour lesquelles les déformations mécaniques prennent le pas sur la restauration.

En admettant que les matériaux contiennent des dislocations on peut aussi considérer que certaines dislocations, sous la contrainte appliquée, se déplacent plus facilement que les autres, parcequ'elles ont une énergie faible, et contribuent à la déformation au début du fluage. La réserve de dislocations s'épuise ainsi au cours du fluage . Puis la rencontre d'une barrière d'énergie plus élevée implique une diminution de la vitesse du fluage (6). Au cours du fluage logarithmique, la température est seulement suffisante pour aider les dislocations à franchir des barrières dans ses plans de glissements.

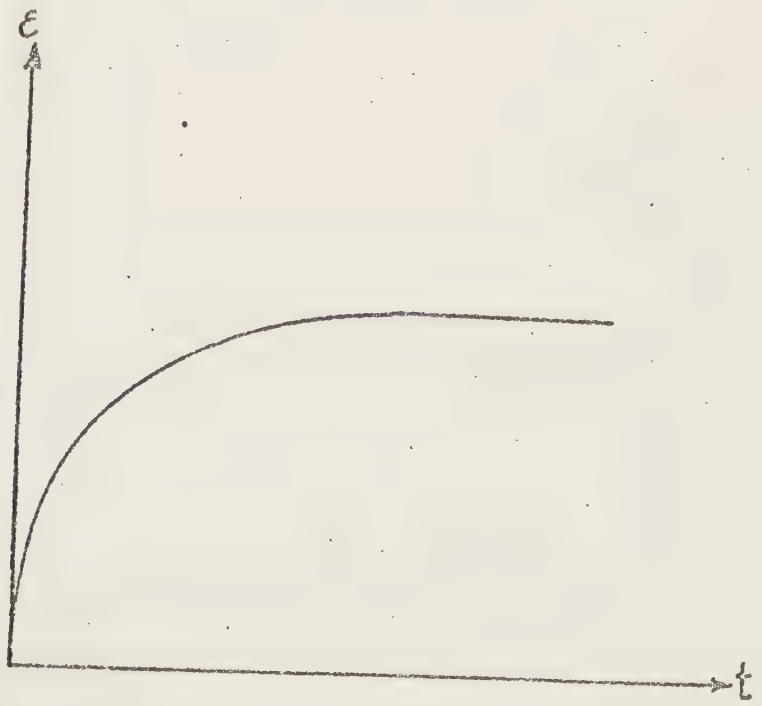


Fig. 1

Courbe de fluage logarithmique

I-2- Fluage aux températures intermédiaires :

C'est le fluage le plus rencontré dans l'industrie

$$0,3 < \frac{T}{Tf} < 0,6$$

La courbe de fluage déformation - temps présente alors en général 4 stades :

- Une déformation instantanée ;
- Un stade de fluage primaire (parabolique, transitoire ou d'Andrade) pendant lequel la vitesse de fluage décroît rapidement jusqu'à atteindre une limite de décroissance moins rapide. Ici $0 < n < 1$ et par intégration de (1) on obtient :

$$\varepsilon = \beta t^{1-n} + C^*$$

Le plus souvent $n = \frac{2}{3}$, ce qui correspond à la loi en $t^{1/3}$ d'Andrade (3).

- Un stade de fluage secondaire (stationnaire, permanent) pour lequel la vitesse de fluage diminue peu ou reste constante (c'est la limite atteinte au cours du fluage primaire).

On a alors $n = 0$ et $\varepsilon = kt + C$

De sorte que la courbe complète de fluage suit en général la loi :

$$\varepsilon = \beta t^{1-n} + kt + C$$

- Un stade de fluage tertiaire (accéléré), pendant lequel la vitesse de fluage augmente jusqu'à rupture de l'éprouvette.

* Noter que toutes les constantes d'intégration C sont en réalité les allongements instantanés à la mise en charge.

Au cours du fluage stationnaire, la vitesse de déformation en première approximation est constante.
BAILEY (7) est le premier qui a supposé que cet état est une compétition et un équilibre entre l'écrouissage et la restauration. En mesurant la vitesse d'écrouissage et celle de la restauration, MOTT (8) a proposé la formule suivante pour la vitesse de déformation :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{A}{\theta} \exp\left[-\frac{(W - q\sigma)}{KT}\right]$$

où θ est la pente de la courbe contrainte - déformation ;

W est l'énergie d'activation ;
A et q sont des constantes ;

σ est la contrainte appliquée.

Mais cette expression pour les contraintes basses ne peut pas représenter la vitesse réelle du fluage stationnaire en général, pour les valeurs normales de la vitesse et de la contrainte l'équation suivante est retenue :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = A \exp\left(-\frac{H}{KT}\right) \sinh\left(\frac{q\sigma}{KT}\right)$$

H est une constante dépendant du matériau.

La restauration est possible au-dessus d'une certaine température, quand l'agitation thermique est suffisante pour permettre aux dislocations de se déplacer (9). La restauration compense une partie du fluage, ce qui réduit la contrainte du fluage. Il en résulte une décroissance moins rapide de la vitesse du fluage. La vitesse de déformation au cours du fluage de restauration est très sensible à la contrainte appliquée. Pour savoir comment la sensibilité de la vitesse de déformation augmente avec la contrainte, certains (9) ont pensé que la contrainte influence le facteur de fréquence, et on peut écrire ;

$\varepsilon' = B\,\sigma^{n}\,e^{-\frac{Q}{KT}}$ où Q est l'énergie d'activation thermique à la contrainte zéro, σ la contrainte appliquée. B et n sont des constantes .

D'autres, en proposant une formule de forme :

$$\dot{\varepsilon} = A\, e^{-(Q-a\sigma)/KT}$$ où A et α sont des constantes,

expriment que la contrainte influence la vitesse du fluage en affectant l'énergie d'activation.

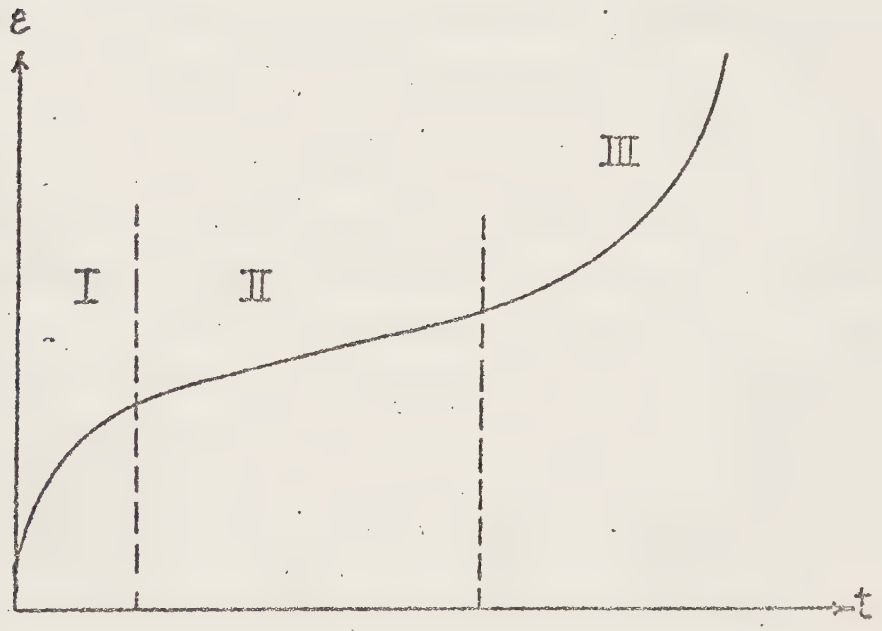


Fig. 2 : Courbe de fluage - restauration

I - fluage primaire : consolidation et écrouissage

II - fluage secondaire : consolidation et restauration.

III - fluage tertiaire : strictions et rupture.

I - 3- Fluage aux hautes températures :

$$\frac{T}{T_f} > 0,6$$

Les phénomènes d'autodiffusion des défauts ponctuels deviennent alors prépondérants ; Dans ce stade les lacunes peuvent traverser complètement les grains dans une éprouvette à grains fins.

L'une des idées sur le fluage - restauration à haute température mais $T/T_f < 0,6$ est la suivante : il pourrait être contrôlé par le mouvement des dislocations vis contenant des crans qui créent des lacunes quand les dislocations se meuvent . A température plus élevée ($T/T_f > 0,6$) la situation est différente . L'agitation thermique permet à la lacune de se détacher de la dislocation aussitôt qu'elle a été produite . L'énergie nécessaire pour cela est l'énergie de migration des lacunes . L'énergie totale impliquée en chaque cran quand la dislocation se meut est par conséquent la somme de $Q_f + Q_m$, des énergies de formation et migration des lacunes, respectivement, qui est égale à l'énergie d'activation pour l'auto-diffusion Q_d . En conséquence la vitesse de fluage $\dot{\varepsilon}$ est donnée par une équation de la forme :

$$\dot{\varepsilon} = A \left(e^{-(Q_d - \alpha\sigma)/KT} - e^{-(Q_d + \alpha\sigma)/KT} \right)$$

où A et α sont des constantes (9).

Une autre expression de la vitesse de fluage dans les conditions ci-dessus (haute température, faible contrainte) a été donnée par NABARRO (10) et HERRING (11) . Ces auteurs font intervenir le diamètre du grain . Ils considèrent en effet que le rôle des joints peut être prédominant dans un polycristal à grains fins, surtout si les dislocations n'acceptent les lacunes qu'avec peine (parce qu'elles sont dissociées). Mais l'étude de ces auteurs s'applique donc surtout au cuivre, moins à l'aluminium . Donnons néanmoins l'expression à laquelle ils aboutissent car elle semble plus complète du fait de la présence du vecteur de Burgers:

$$\dot{\varepsilon} = A \frac{D \sigma b^3}{L^2 K T}$$

σ : effort appliqué

D : coefficient d'autodiffusion

b : vecteur de Burgers

L : dimension moyenne des grains

A : facteur dépendant de la forme des grains et du régime des contraintes.

Il faut aussi noter une autre expression de la vitesse de fluage (12), qui a été établie en considérant que s'il y a un flot de lacunes dans une direction il doit y avoir aussi un flot d'atomes dans la direction opposée . Par conséquent les atomes sont enlevés des côtés des grains et déposés au sommet et à la base . Ce qui change ses dimensions en l'allongeant dans le sens de la traction . En connaissant la vitesse du flot de lacunes il est possible de calculer la vitesse du changement de dimensions du grain dans la direction de la tension appliquée :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2 D C_o \sigma b^6}{L^2 K T}$$

$\dot{\varepsilon}$ exprime ici la vitesse de changement de dimensions du grain dans la direction de la contrainte . Le nouveau terme C_o exprime la concentration en lacunes à l'équilibre lorsque la contrainte appliquée est nulle . On remarque que le vecteur de Burgers intervient ici à la puissance de 6.

Il est surprenant que dans ce cas les théories prévoient que le $\dot{\varepsilon}$ est inversement proportionnel à la température , absolue.

La valeur de A est environ égale à l'unité (5) .

On présente sur la figure 3 les courbes de fluage aux hautes températures pour différents métaux (13).

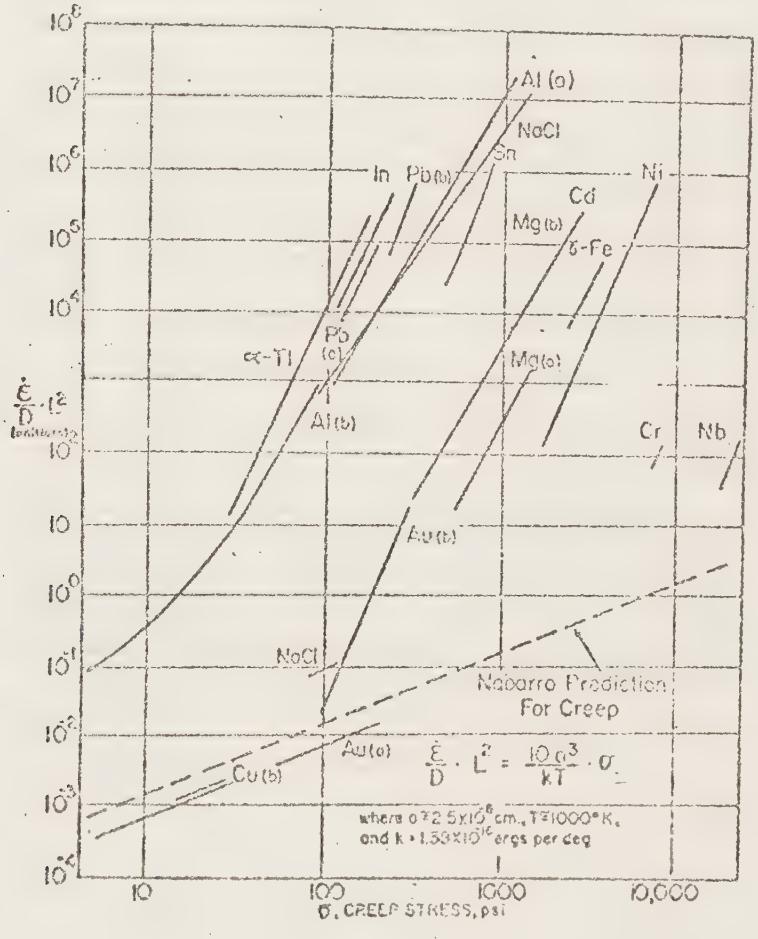


Fig. 3

Localisation des trois principaux types de fluage sur le " diagramme de fluage " (12).

Le fluage observé dans un essai donné peut donc être classé dans trois types bien définis. Chacun de ces types particuliers dépend de la température et de la tension appliquée. Le diagramme température - tension (Fig. 4) indique la région dans laquelle chacun de ces types est classé. Un tel diagramme est appelé un diagramme de fluage. Afin qu'un métal à bas point de fusion et faible module élastique, tel que l'indium, puisse être traité sur un pied d'égalité avec un métal à haut point de fusion et haut module d'élasticité, tel que le tungstène, la température et la tension sont portées sous la forme T/Tm et σ/μ plutôt que plus simplement sous la forme T et σ. Ici T est la température de l'essai, Tm est le point de fusion, σ est la tension appliquée, et μ est le module de cisaillement. Lorsque la température et la tension sont modifiées en les divisant par Tm et μ, les différents types de fluage tombent grossièrement dans les mêmes régions sur le diagramme de fluage, bien que les métaux étudiés diffèrent largement par leurs points de fusion et leurs constantes élastiques.

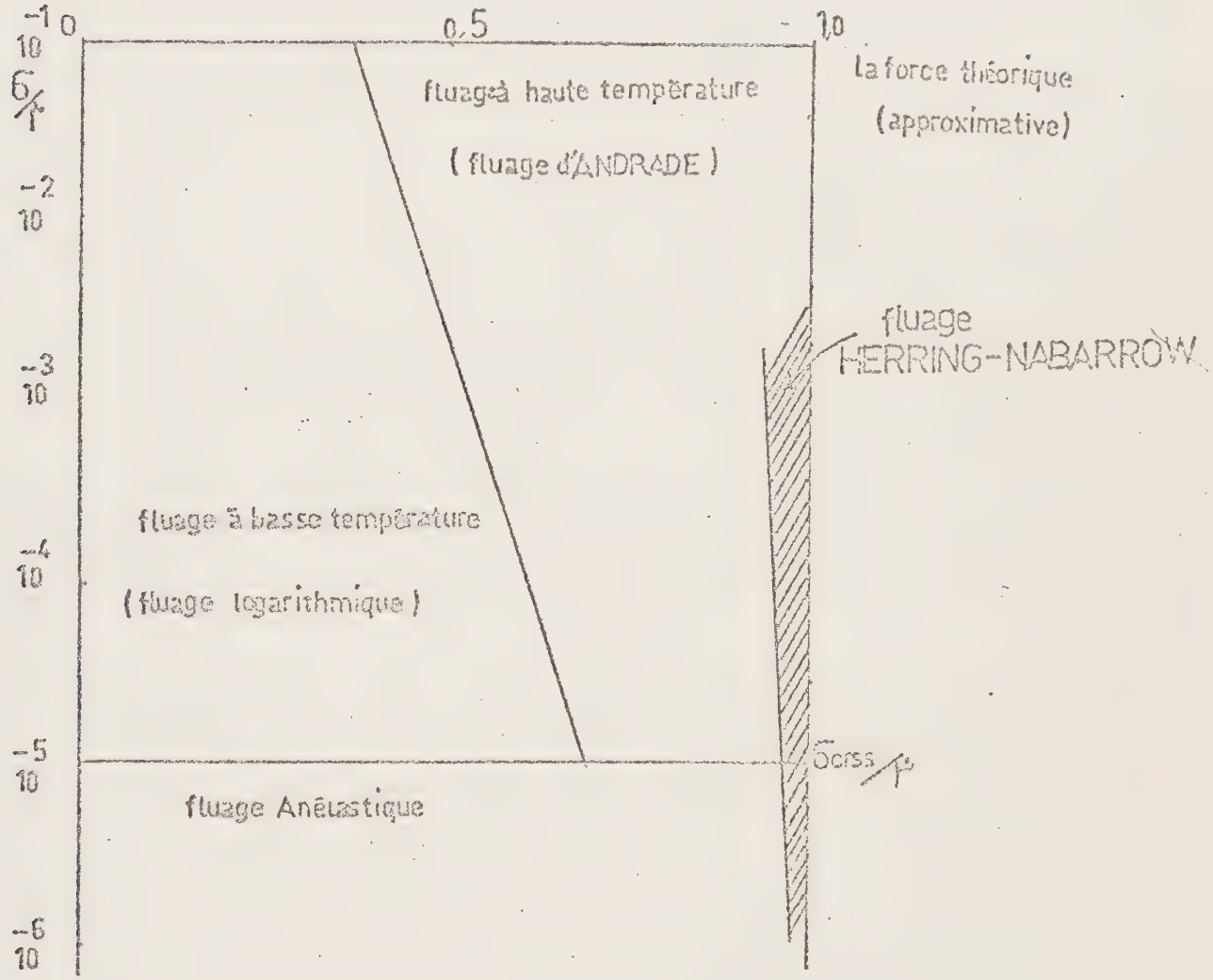


Fig. 4
Diagramme des différents types de fluage suivant la contrainte et la température.

T : température de l'essai
Tm : point de fusion du métal
σ : tension de cisaillement réduite
μ : module de cisaillement
σ_{crss} : tension de cisaillement critique résolue (pour un métal bien recuit).

Etant donné que pour les contraintes σ crss, il y a une multiplication considérable des dislocations et du mouvement des dislocations, et , qu'au-dessous de σ crss, la déformation plastique est minime, il n'est pas surprenant de choisir la ligne $\frac{\sigma}{T} = \frac{\sigma_{crss}}{T}$ comme l'une des frontières du diagramme de fluage séparant une région particulière des autres.

Enfin il est observé , pour certain métaux, y compris l'aluminium, que la courbe de fluage à basse température et faible contrainte (fluage) n'est pas forcément logarithmique (14). Elle obéit à l'équation :

$$\varepsilon = \beta t^{1/3}$$

A haute température celle-ci est suivie par une courbe de fluage stationnaire dont l'équation s'écrit : $\varepsilon = K t$.

L'équation complète est donc :

$$\varepsilon = \beta t^{1/3} + K t$$

La Fig. (5) montre ces deux courbes et leur somme.

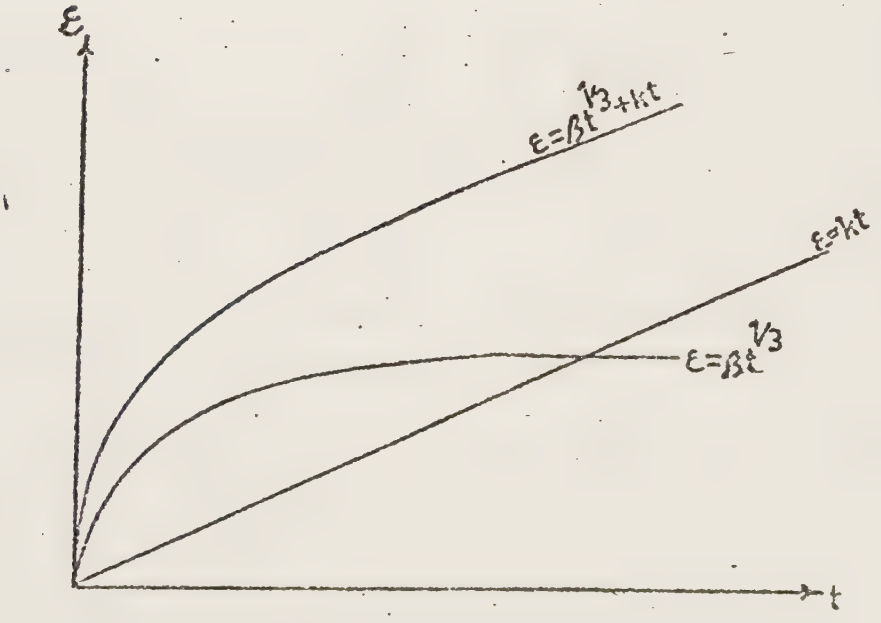


Fig. 5

I-4- Equation générale :

Les équations citées dans le domaine des moyennes températures décrivent mathématiquement la forme des courbes expérimentales . Mais si l'on veut tenir compte des faits physiques et métallurgiques qui accompagnent le fluage, la relation la plus générale (14) à contrainte constante est :

$$\varepsilon' = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

A : facteur dépendant de la structure et de la contrainte, indépendant de T,

Q : énergie d'activation apparente (calories/ mole) .

En particulier, cette équation fait ressortir le fait que le fluage est un phénomène activé thermiquement ,

et à température constante :

$$\varepsilon' = C \exp\left[-\text{Const.}\frac{\sigma}{RT}\right]$$

I-5- Modifications de structure dues au fluage - restauration :

Le fluage - restauration est la déformation dont les applications pratiques sont les plus nombreuses et c'est aussi celle qui montre le mieux la compétition entre les effets de la contrainte et de la température (écrouissage et restauration) ; c'est ce type de déformation que nous avons choisi d'étudier au cours de cette étude .

Les principales modifications de structure introduites par le fluage - restauration sont les suivantes :

- Formation de grosses bandes de glissement et de lignes de glissement fines.
- Formation de macle de déformation .
- Formation de bandes de déformation et de bandes de pliages .
- Formation progressive d'une sous-structure de polygonisation .

- Recristallisation possible.
- Migration des joints de grains et glissement intergranulaire.
- Cavitation intergranulaire.

II- BUT DE L'ETUDE ET METHODES :

II-1- But de l'étude :

Le type de déformation à chaud qui intéresse le plus généralement l'utilisation pratique des métaux est le fluage - restauration . C'est au cours de ce fluage qu'interviennent notamment les mouvements de joints, les glissements des grains les uns par rapport aux autres, ainsi que les cavitations aux points anguleux et aux points triples des joints. Il nous a paru intéressant d'étudier le fluage d'éprouvettes polycristallines par variations de la température et de la contrainte des essais, les modifications apportées par les changements de dimensions des grains ainsi que l'évolution structurale des grains et des joints.

Les températures sont donc toujours choisies dans le domaine :

$$0,3 < \frac{T}{Tf} < 0,6$$

et les contraintes < 3 KgP / mm^2

II-2- METHODES UTILISEES :

II-2-1- Machine de traction - Principe et mécanisme :

Tous les essais de fluage sont effectués sur une machine ADAMEL de traction à chaud (type T.A.C.). (Fig. 6) .

A l'aide de cette machine on peut réaliser un contrôle rapide à chaud des métaux et des alliages réfractaires ainsi que l'enregistrement et la mesure des allongements sous charge et température constantes des métaux pendant de longues durées qui pourront être de plusieurs semaines . Les courbes donnent l'allongement en fonction du temps .

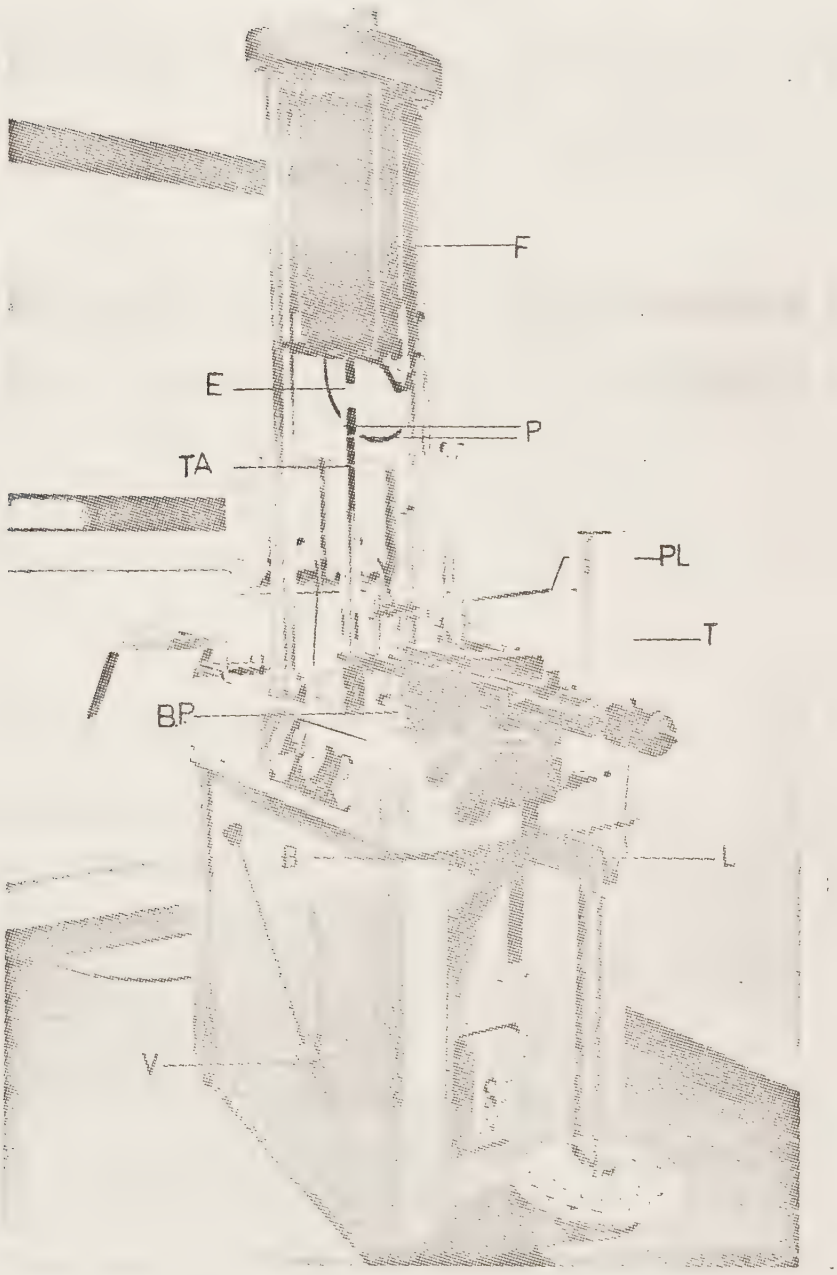


Fig. 6

Machine de traction à chaud.

II-2-1-1 Contrainte

La contrainte appliquée sur l'éprouvette est transmise par un levier(L) (Fig. 6) d'amplification 13. Ce levier indéformable permet aussi les essais sous des contraintes très faibles jusqu'à la contrainte maximale 70 kgp/mm^2 ou le cas échéant 100 kgp/mm^2 pour des essais de courte durée.

Une broche (B) fixe le levier dans sa position haute durant les manipulations et le réglage de la température du four, ainsi que pendant l'attente nécessaire pour équilibrer la température du four et celle de l'éprouvette. Un vérin hydraulique (V) permet de relever le levier (L) . Un by-pass (B.P) sert à empêcher la descente brutale du levier quand l'éprouvette se rompt. Ce frein hydraulique amortit tous les chocs qui pourraient se répercuter sur le mécanisme d'amplification.

II-2-1-2 Chauffage et contrôle thermique :

Le chauffage est obtenu par un four (F) à résistance alimenté en courant alternatif dont le gradient intérieur est réglable à l'aide de rhéostats . La régulation se fait par le principe du " tout ou rien " . La tension est de 220 volts et l'intensité du courant de chauffe de 5,5 A environ .

L'uniformité de la température de l'enceinte de chauffe est contrôlée par 3 couples thermoélectriques situés aux extrémités et au milieu de la partie utile de l'éprouvette (E) . La température peut varier de ± 0,50°C.

II-2-1-3 Mesure de l'allongement :

A l'aide d'un enregistreur mécanique on enregistre sur un tambour (T) la courbe de l'évolution de l'allongement en fonction du temps. Pour cela on a des palpeurs de silice (P) qui s'appuient sur les emplacements qui existent aux extrémités de l'éprouvette.

Le fait d'allonger l'éprouvette fait descendre le palpeur de dessous par rapport à celui fixé au-dessus de l'éprouvette . Cette variation de position des palpeurs est reprise et amplifiée par un système de leviers . Une plume (PL) fixée à l'extrémité du levier (L) inscrit directement la courbe de fluage sur le tambour enregistreur (Fig.6) (diamètre D = 39 mm, hauteur h = 250 mm). Ce dernier est entraîné par un moteur synchrone ; il fait un tour en 24 heures ou en 192 heures . Le coefficient d'amplification des allongements est soit de 24, soit de 100.

La machine a aussi un enregistreur électrique qui permet de porter le coefficient d'amplification à 100 ou 200.

II-2-1-4- Calcul de la contrainte appliquée sur l'éprouvette par une charge donnée.

- Caractéristiques de la machine :

  - Amplification du levier des charges : A = 13
  - Poids de la tige d'amarrage (T.A) inférieure K = 1,365 Kg.
  - Amplification pour enregistrements des allongements . 100 et 20
  - Vitesse de rotation du tambour d'enregistrement des allongements : 1 tour par 24 heures ou 192 heures.

On mesure la section S de l'éprouvette.

La contrainte totale C = S.c

c ou C_s = contrainte au millimètre carré

La contrainte C_1 produite par une charge sera :

$$C_1 = S.c - K$$

La charge appliquée est donc :

$$C_H = \frac{C_1}{A}$$

Ainsi on peut écrire $C_H = \dfrac{S.c - K}{A}$

En exprimant la contrainte c en kgp/mm^2 et S en mm^2

on aura la charge C_H qu'il faut appliquer.

Exemple :

Choisissons à titre d'exemple une éprouvette déjà employée au cours de nos essais,

$D = 5,88$ mm $\qquad S = \pi \frac{D^2}{4} = 27,14 \text{ mm}^2$

$c = C_s = 0,35 \text{ kgp/mm}^2$

d'où $C_H = \dfrac{S.C_s - K}{A}$

$$C_H = \frac{27,14 \times 0,35 - 1,365}{13} = 0,630 \text{ Kg.}$$

* *
*

II-2-2- Eprouvettes utilisées :

II-2-2-1- La forme des éprouvettes est celle exigée par la machine T.A.C. : figure ci-dessous :

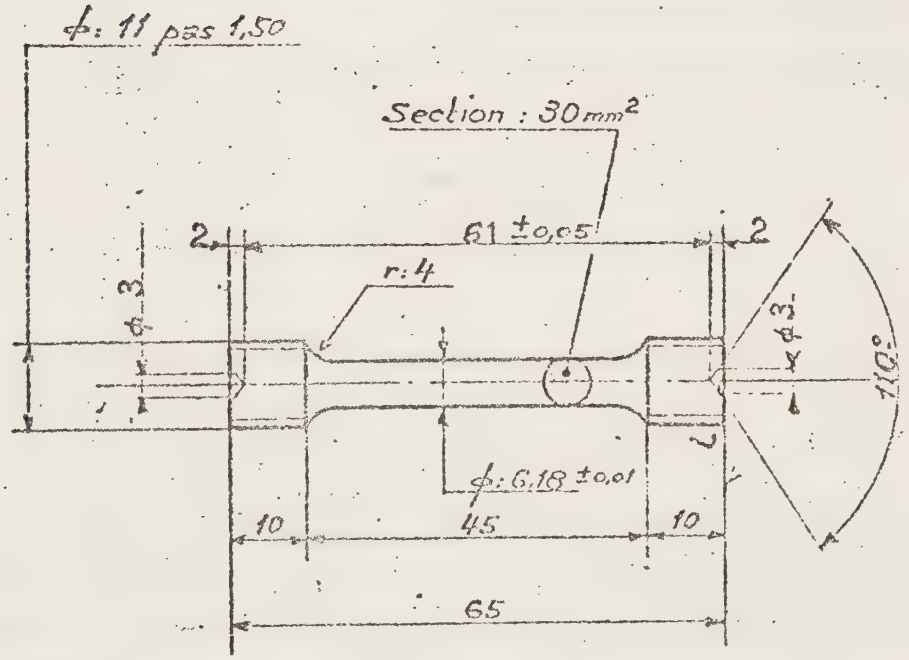


Fig. 7
Forme des éprouvettes utilisées

Après avoir été usinées les éprouvettes sont polies mécaniquement au moyen d'abrasifs de plus en plus fins de façon à faire disparaître les traces d'usinage. Ce polissage mécanique est suivi d'un polissage chimique grossier puis fin .

- Composition du bain de polissage chimique grossier :

- $H_3\ PO_4$ 50 %
- $H_2\ SO_4$ 40 %
- $H\ NO_3$ 10 %

La température du bain au cours du polissage doit être maintenue à $95°C < \theta < 115°C$.

- Composition du bain de polissage chimique fin :

- $H_3\ PO_4$ 90 %
- $H_2\ SO_4$ 4 %
- $H\ NO_3$ 6 %

La température du bain au cours du polissage doit être $85°C < \theta < 105°C$.

Les proportions sont exprimées en volume .

Si la température dans chacun des deux polissages n'atteint pas le minimum la réaction ne commence pas ; par contre il ne faut jamais dépasser le maximum cité, sinon on a sur la surface des figures de gravage.

Il est aussi prudent avant de poser l'éprouvette dans le composé, de ne pas chauffer ce dernier jusqu'à la température maximale, car il faut tenir compte de la chaleur de réaction . Pour cela, on a maintenu la température des bains de polissage grossier et fin respectivement vers 105°C et 95°C.

II-2-3 Obtention des éprouvettes à différentes grosseurs de grains.

On cherche à obtenir des éprouvettes de différentes grosseurs de grains. Dans ce but, après avoir poli les éprouvettes de la manière précédente, on leur fait subir pendant 2 heures un recuit statique d'homogénéisation de la grosseur des grains à une température de l'ordre de 620°C. Pour obtenir des grosseurs de grain différentes on utilise le principe qui permet (voir courbe) d'obtenir des dimensions de grain de plus en plus

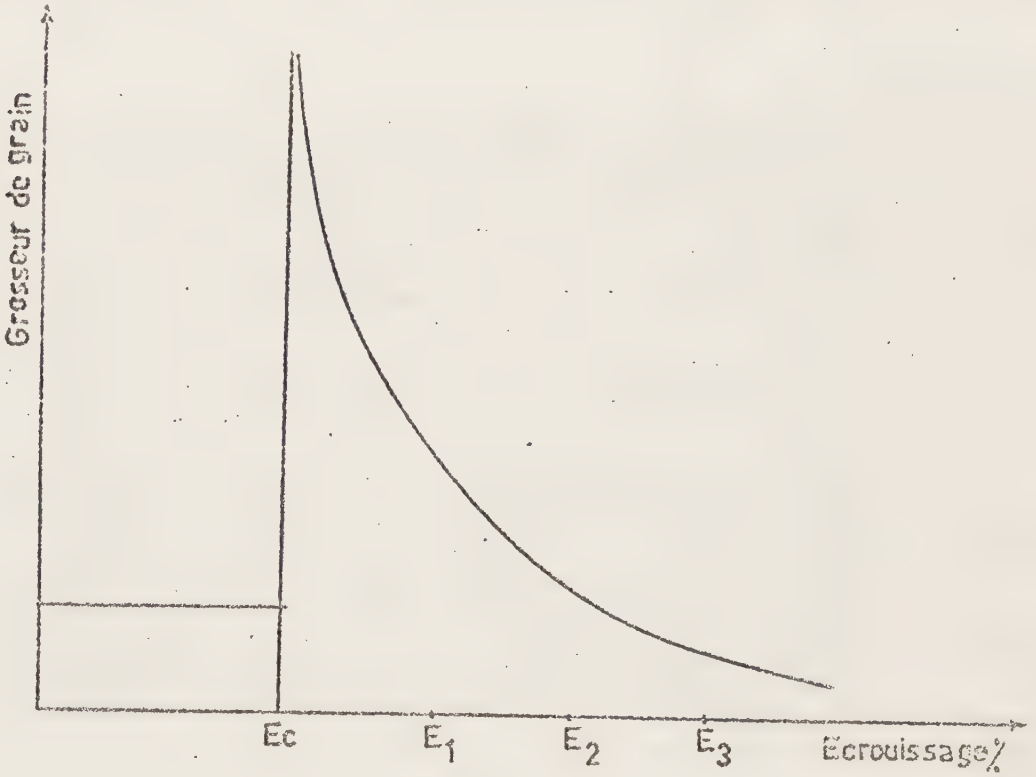


Fig.8

Variation de la grosseur des grains avec le taux d'écrouissage.

petits après un deuxième recuit en allongeant les éprouvettes de E_1, et E_2, ...

Après avoir étiré des éprouvettes à différents taux, on les recuit à 620°C pendant72 heures.

Pour les recuits, une feuille mince d'aluminium enveloppant chaque éprouvette évite une oxydation superficielle trop importante .

Pour révéler les grains ainsi obtenus, on se sert de l'eau régale fluorée qui a la composition suivante :

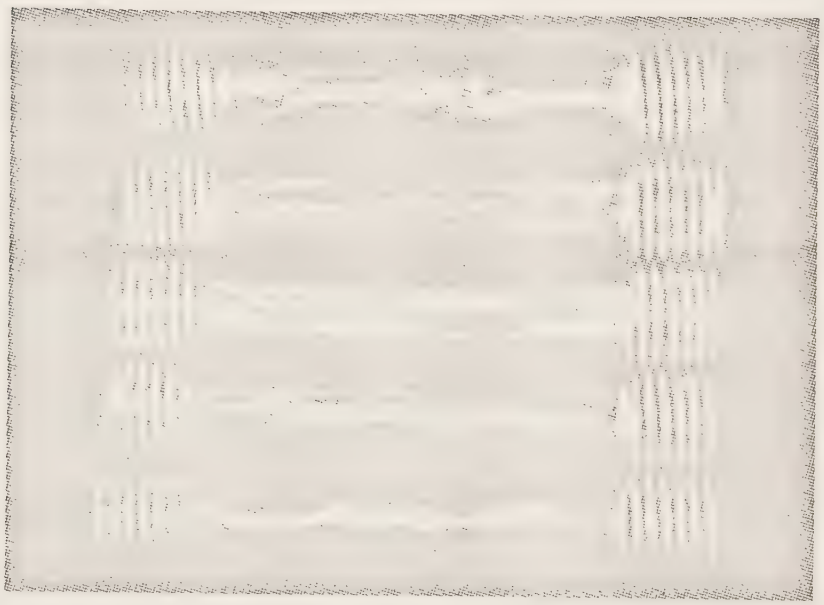
HCl - $\frac{1}{3}$

HNO_3 - $\frac{2}{3}$

HF qq %

Les portions sont exprimées en volume.

Taux d'éroulb...



<1 %

3 %

>3 %

5 %

7 %

Fig. 9

Différentes grosseurs de grain obtenues

II-2-4- Détermination de la température vraie de l'éprouvette pendant le fluage :

Pendant un essai de fluage la température reste constante. Il est nécessaire de connaître la température du métal de l'éprouvette pendant que celle-ci est sous charge . En effet un thermo-couple placé à côté de l'éprouvette dans le four ne donne pas nécessairement la véritable température de cette éprouvette. Pour la connaître nous avons opéré de la façon suivante :

Dans une éprouvette, identique à celles utilisées pour les essais vrais, a été percé jusqu'à mi-diamètre un petit trou dans lequel a été introduit la soudure d'un thermo-couple platine-platine rhodié ; un thermo-couple identique est attaché à côté de cette éprouvette placée dans le four de la machine T.A.C.

On effectue différentes mesures en comparant les températures :

T_1 donnée par le thermo-couple placé dans l'éprouvette.

T_2 donnée par le thermo-couple placé à côté de l'éprouvette.

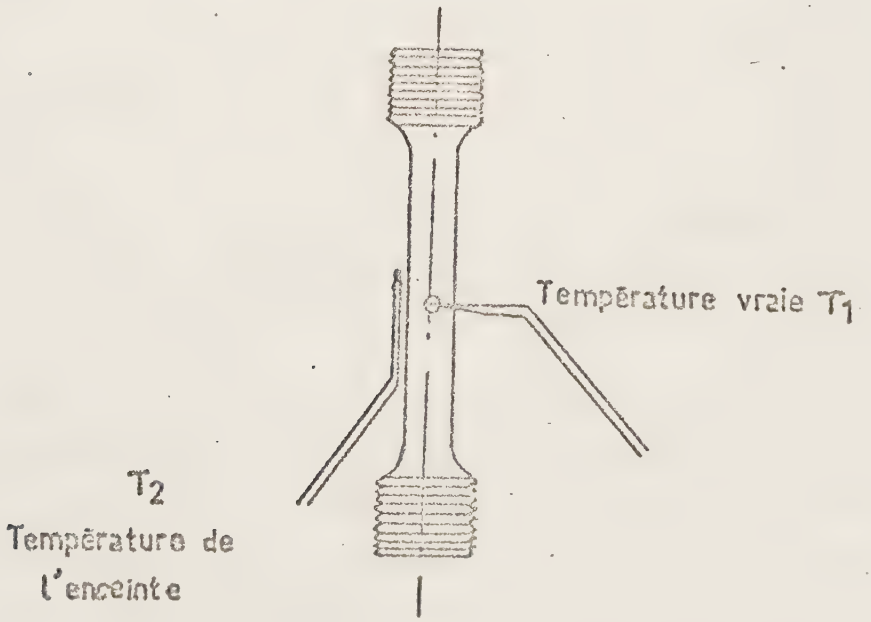


Fig.10

Mesure de la température vraie des éprouvettes.

Le tableau suivant donne les différences entre les températures T_1 et T_2 pour différentes gammes de températures :

T_1	67,5	121	171	229,5	281	333	388	438
T_2	67,5	122	173	232	284	336	392	442

Pour les essais ultérieurs, il suffit de placer un thermocouple à l'endroit où était placé celui donnant T_2 et de faire une correction de T_2 à l'aide de la courbe, pour connaître la température vraie T_1 de l'éprouvette.

II-2-5 - Observation des éprouvettes avant et après fluage.

La surface des éprouvettes est observée après fluage par microscopie optique afin de déceler les glissements, les bandes de déformation et les mouvements de joints.

La structure des éprouvettes est contrôlée avant et après les essais aux rayons X par la méthode de Laue en retour. Malgré la forme cylindrique et massive des éprouvettes étudiées (forme rendue obligatoire pour une étude à la machine T.A.C.), nous avons pu utiliser une méthode X très sensible. Un tour d'horizon des différentes méthodes applicables à notre cas nous a fait adapter la méthode X due à L.SCHULZ (15).

II-2-6 - Méthode utilisée pour examiner la surface d'un monocristal au moyen d'un tube microfoyer de rayons X. (méthode de Schulz).

BERG (16) a proposé le premier cette méthode, et il existe actuellement différentes manières d'explorer la surface d'un monocristal basées sur le même principe (17,15). BARRETT (18) a employé cette possibilité pour produire l'image d'un cristal par les rayons réfléchis ; il a développé un moyen expérimental simple de microscopie à rayons X. Il a montré par de nombreux exemples les possibilités importantes de cette méthode.

La méthode de Schulz est un peu différente : La source est ponctuelle et le rayonnement polychromatique . Il irradie par un tube microfoyer de rayons X (19) une région relativement large de l'échantillon . Les rayons réfléchis forment l'image du cristal sur un film ou une plaque photographique à grains fins.

L'expérience montre que les meilleurs clichés sont obtenus quand la surface de l'échantillon fait un angle d'environ 25° avec l'axe des rayons divergents.

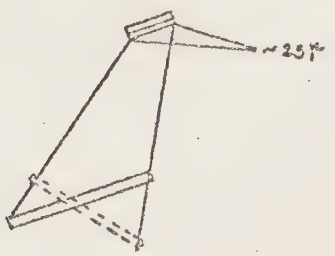


Fig. 11

Dans cette méthode l'angle d'incidence varie évidemment avec le rayon considéré . Il est donc nécessaire d'utiliser un faisceau X polychromatique.

Dans cette méthode, l'échantillon se trouve très près du microfoyer et le film très loin de l'échantillon (normalement, environ 15 cm) . Nous avons travaillé à une distance variant de 10 cm à 22 cm suivant l'intensité des taches et les possibilités expérimentales.

Pour éviter les distorsions de l'image, il faut placer ce dernier le plus possible parallèlement à la surface de l'échantillon, comme le montre la Fig. (11) . La précision des images obtenues dépend des dimensions du microfoyer .

Si le cristal présente un agrégat de sous-joints qui ont une différence d'orientation faible, chaque sous-joint forme son image propre sur le film, comme le montre la Fig. (12).

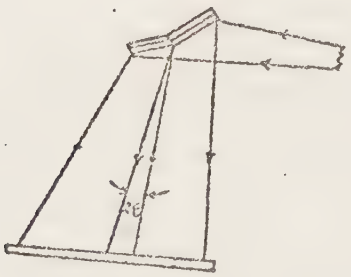


Fig. 12

Si les deux sous-joints forment une crête, une partie blanche séparant les deux taches donne la différence d'orientation , et si les deux sous-joints forment une vallée à leur intersection, il y aura un chevauchement . La largeur de cette région blanche ou noire donne la différence d'orientation. Si le cristal est homogène, comme l'angle incident pour les différentes parties d'un cristal change il faut donc différentes longueurs d'ondes, d'où un changement d'intensité, mais qui est continu . Par contre, quand le cristal est déformé, une variation discontinue de l'intensité apparaît ; car le pouvoir de réflexion change considérablement en fonction de la perfection du cristal .

Soit une petite différence d'orientation " Φ " entre deux sous-joints se présentant comme une rotation autour d'un axe horizontal placé dans le plan de la Fig. (11) ; le trou ou le recouvrement sur le film est $2\,\Phi\,S\,\sin\theta$, où S est la distance entre l'échantillon et le film et θ l'angle de Bragg.
Dans le cas où ces sous-joints tournent autour d'un axe vertical perpendiculaire au plan de la Fig. (11), le trou ou le recouvrement est $\frac{2\,\Phi\,S}{\sin\theta}$. On voit entre ces deux valeurs un facteur $\frac{1}{\sin^2\theta}$ qui montre l'importance du déplacement angulaire.

Comme chaque réflexion correspond à une géométrie différente, il est possible d'avoir une idée grossière de la structure tridimensionnelle du cristal.

La largeur apparente du foyer X est égale à $4\,\mu$. Le faisceau X est limité par une fente de 4/10 de mm.

L'éprouvette est disposée à un centimètre de la fente. Les 2/3 de la largeur du faisceau incident sont interceptés par l'éprouvette qui a un diamètre de 6 mm. De cette façon on respecte la condition essentielle qui permet d'obtenir de bonnes images : l'angle entre le faisceau X et la surface de l'éprouvette doit être inférieure à 30°. Pendant l'essai il faut protéger le film du rayonnement direct.

Cette méthode n'est pas utilisable en transmission car l'effet de focalisation quand on éloigne le film déforme les taches.

Mais en réflexion, et pour les faibles déformations, elle fournit des images spectaculaires.

La Fig. (13) montre les positions du film, de l'éprouvette et du rayon incident dans le montage pour la méthode de Schulz.

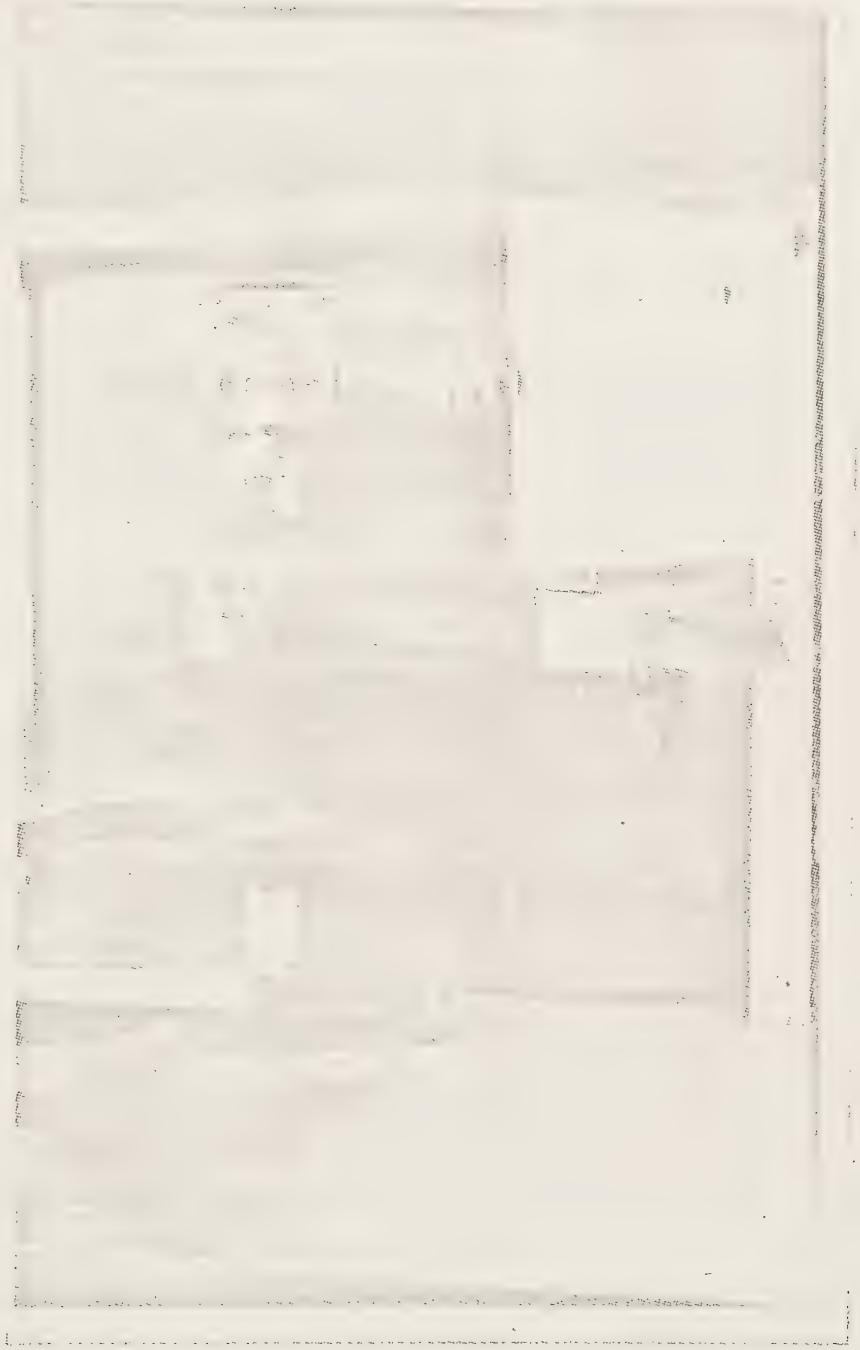


Fig. 13

Montage pour la méthode de Schulz

III - ESSAIS PRELIMINAIRES :

On a cherché à obtenir au cours de ces premiers essais une pente convenable de la courbe de fluage, c'est-à-dire une vitesse de fluage moyenne qui permette de faire d'intéressantes observations micrographiques et aux rayons X, après fluage. On effet, la Fig. (14) d'après SCHLUMAN (14), montre les effets des températures et contraintes sur les courbes de fluage :

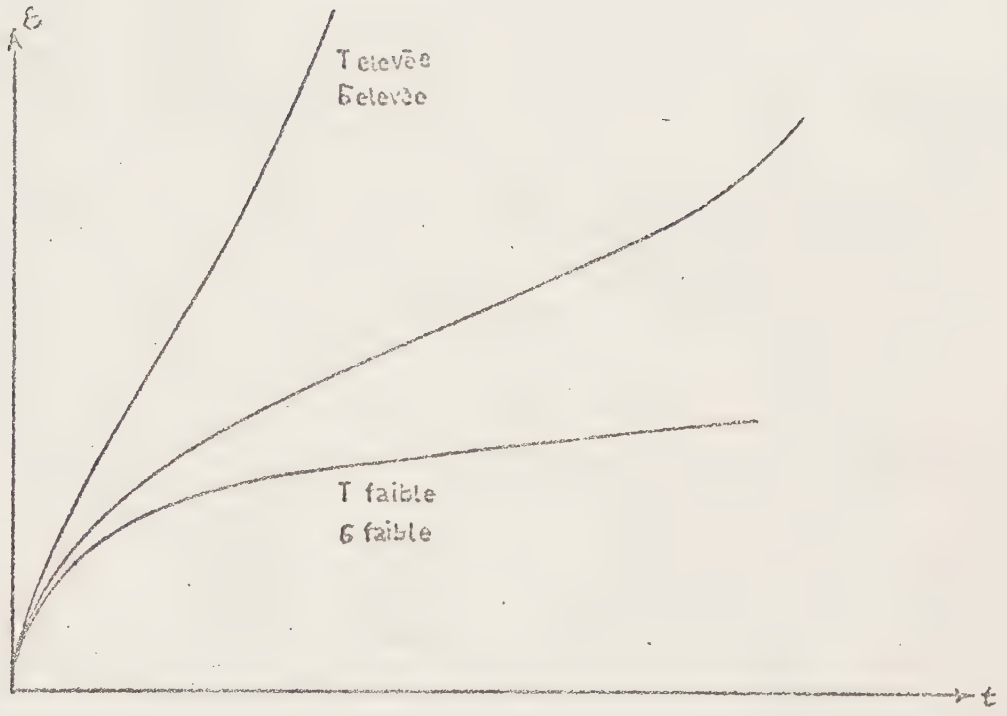


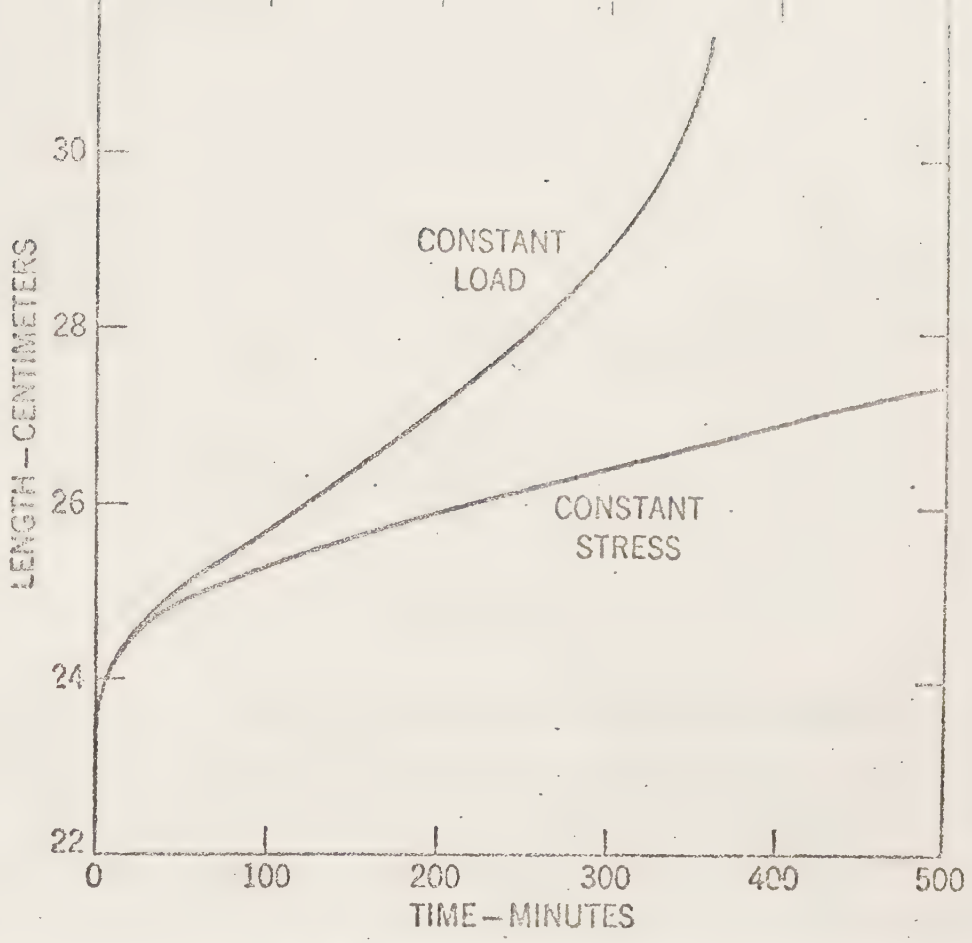
Fig. 14

Différentes courbes de fluage pour différentes T et ε

D'autre part, le fluage - restauration est très sensible à la température et à la charge (il est à remarquer que la machine T.A.C ne fait pas de correction charge - contrainte) pendant un essai, on travaille à charge constante et non à contrainte constante . Car on calcule la contrainte σ pour la section S initiale . Cette dernière diminue toujours au cours du fluage . Sur la Fig. (15), les courbes de fluage sont tracées à charge constante et à contrainte constante (21).

Fig. 15.

Courbe de fluage à charge et contrainte constantes pour un échantillon de plomb . (d'après 21).



Le fluage stationnaire en particulier est excessivement sensible à la température (9). Les effets qualitatifs des changements de contrainte et de température sont indiqués sur la Fig. (16).

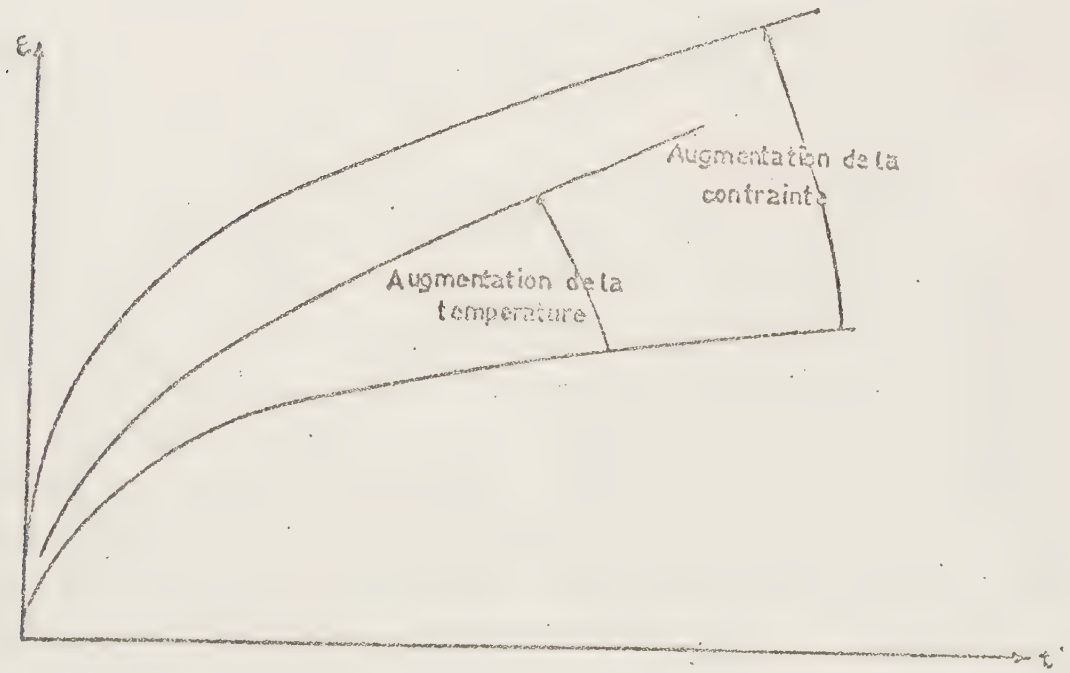


Fig. 16
Effet des changements de contrainte et de température sur les parties primaire et secondaire du fluage - restauration. (d'après 21)

Pour obtenir une courbe convenable de fluage, après divers essais, nous avons choisi une température de l'enceinte du four de 230°C, ce qui correspond à une température vraie de l'éprouvette de 228°C.

On a fait varier la charge autour de la valeur de 2,8 kgp/mm selon la grosseur des grains de l'éprouvette étudiée.

IV - Observations sur les courbes de fluage.

Ces essais de fluage sont effectués sur des éprouvettes dont la pureté est de 99,5 %. La grosseur des grains varie de l'ordre de quelques dixièmes de millimètre jusqu'à quelques millimètres. Nous avons étudié l'effet qualitatif de la grosseur du grain. Il est rappelé que la valeur de la contrainte exprimée en kgp/mm^2 est toujours celle qui correspond au début des essais.

IV - 1 - Effet de la température sur la courbe de fluage stationnaire.

Sur les courbes (Fig.17 à 24) les petites divisions en ordonnées représentent un dixième de mm. En abscisses on a l'échelle 0 - 24 heures.

La Fig. (17) représente une courbe complète de fluage obtenue à partir d'une éprouvette à petits grains, à la température de 257°C et sous une contrainte de 1, 78 kgp/mm^2 , la modification de la courbe de fluage pour un changement de 224°C à 236,5° de la température la Fig. (18), montre la sensibilité très importante du fluage à une augmentation de 14,5°C de la température. Comme le montre la courbe, le fluage à la température supérieure est représenté par une ligne qui fait un angle très grand avec celle qui est tracée à la température inférieure. Les trois stades du fluage ne se distinguent pas sur cette dernière courbe. La deuxième courbe a été tracée en utilisant l'éprouvette qui a donné la première courbe c'est-à-dire après 3,5 % d'allongement . Pour permettre l'examen de ces courbes on a numéroté chacun de ces tronçons .

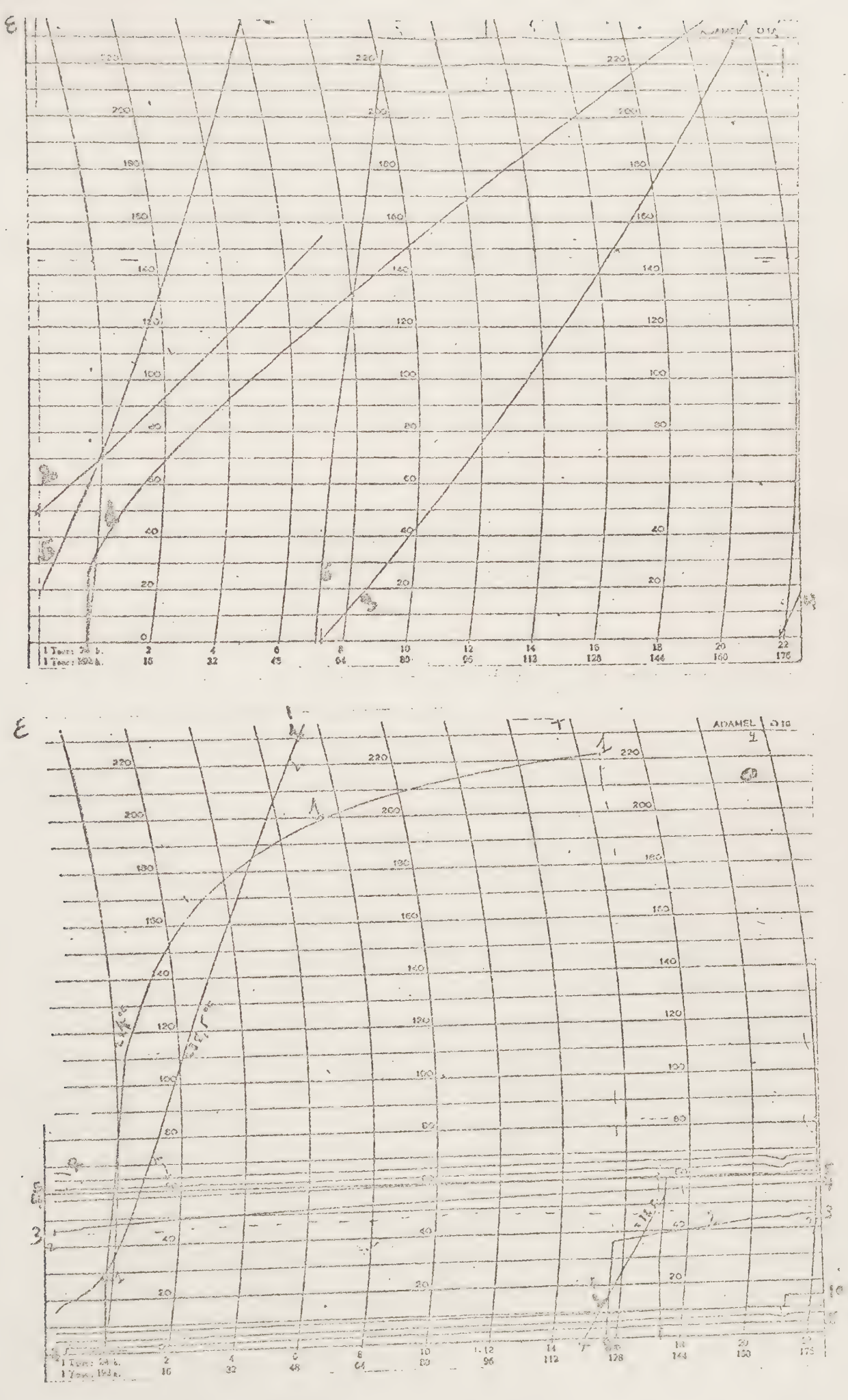


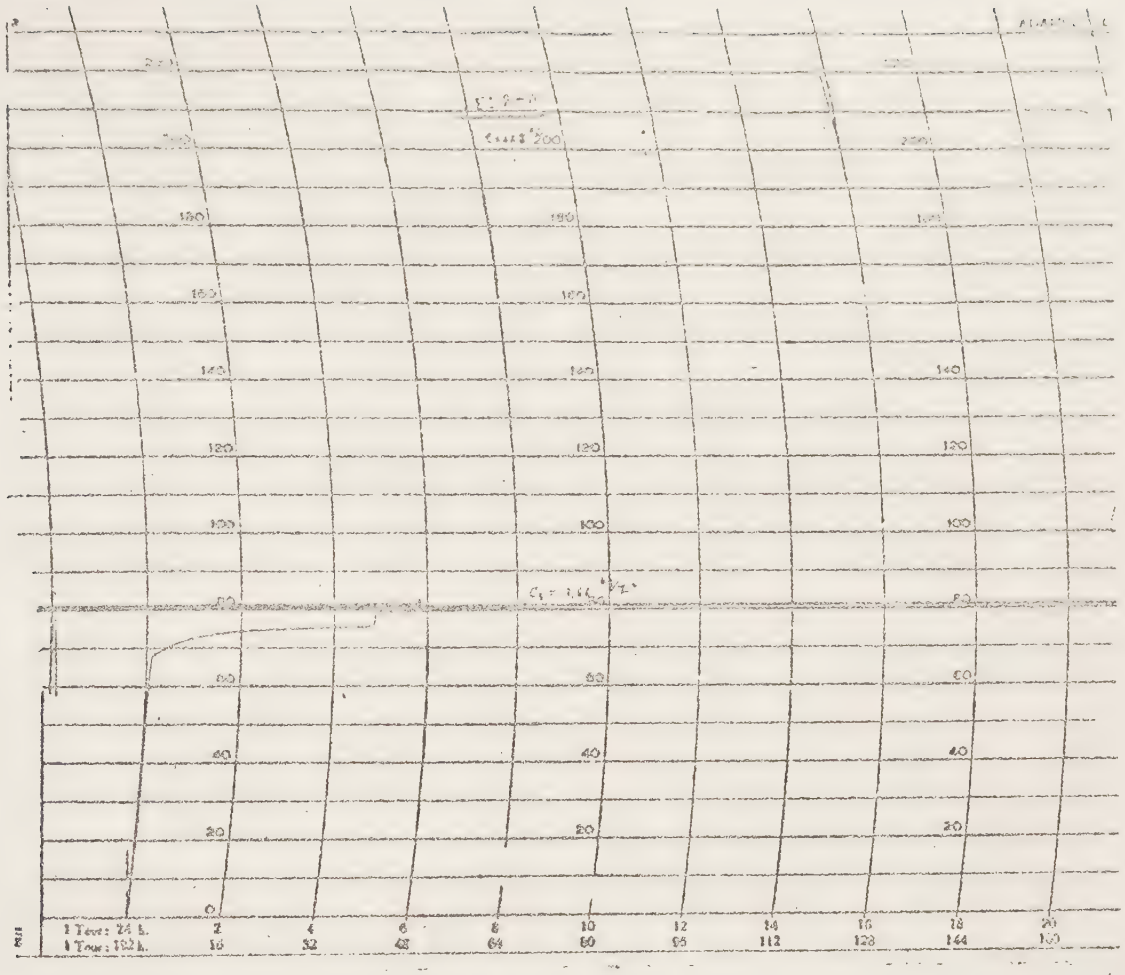
Fig. 17 - 18.

Le premier essai a sans doute produit une légère consolidation du réseau. De plus, un allongement de 3,5% diminue très légèrement la section ce qui augmente très peu la contrainte appliquée. (On verra plus loin l'influence de la contrainte). Mais ces deux effets sont négligeables devant celui de l'élévation de la température. La vitesse de la déformation de l'éprouvette varie comme la température, comme l'énergie d'activation du phénomène. (23).

IV - 2 - Influence de la grosseur des grains sur la courbe de fluage stationnaire :

Plus les grains sont gros, plus la vitesse de fluage est importante. Deux éprouvettes, (n° 2 - 0 recuit 72 heures à 620°C après usinage, non écrouie, et n° 2 -2 recuit 72 heures après un écrouissage de 1 % précédé d'un recuit de 2 heures de l'éprouvette usinée,) sont soumises aux mêmes conditions de contrainte, 2,66 kgp/mm^2 et de température 228°C. Les pentes des courbes de fluage stationnaire sont différentes. Quand les grains sont plus gros (n° 2 - 2) la vitesse est plus élevée (Fig. 19 a et 19 b).

La différence de grosseur des grains des éprouvettes : (E : 1-1) et (E : IX) est beaucoup plus importante. Les courbes de fluage sont obtenues à la même température (228°C) et à des contraintes légèrement différentes, respectivement 2,62 et 2,56 kgp/mm^2 pour l'éprouvette à petits grains et pour celle à gros grains Fig. (20). On voit bien que plus la différence de la grosseur des grains est importante, plus la différence de pente est grande, de telle façon que pour l'E : IX dont les grains sont de l'ordre de quelques millimètres, la courbe de fluage pour une contrainte même plus petite que celle de l' E : 1-1 dont les grains sont de l'ordre de quelques dixièmes de millimètre , est une ligne verticale, tandis que la courbe de fluage pour l'éprouvette aux petits grains présente une pente assez faible .



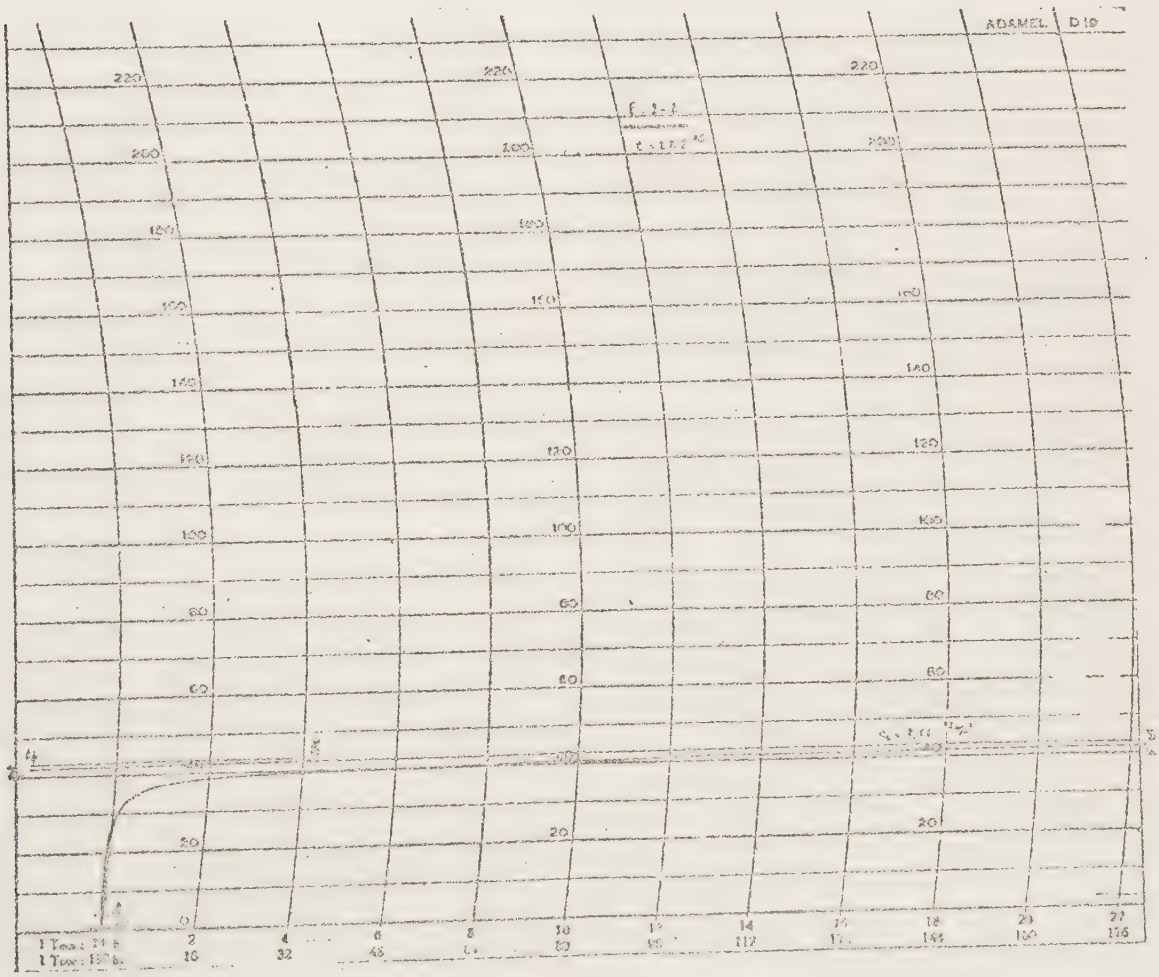


Fig. 19 a - 19 b.

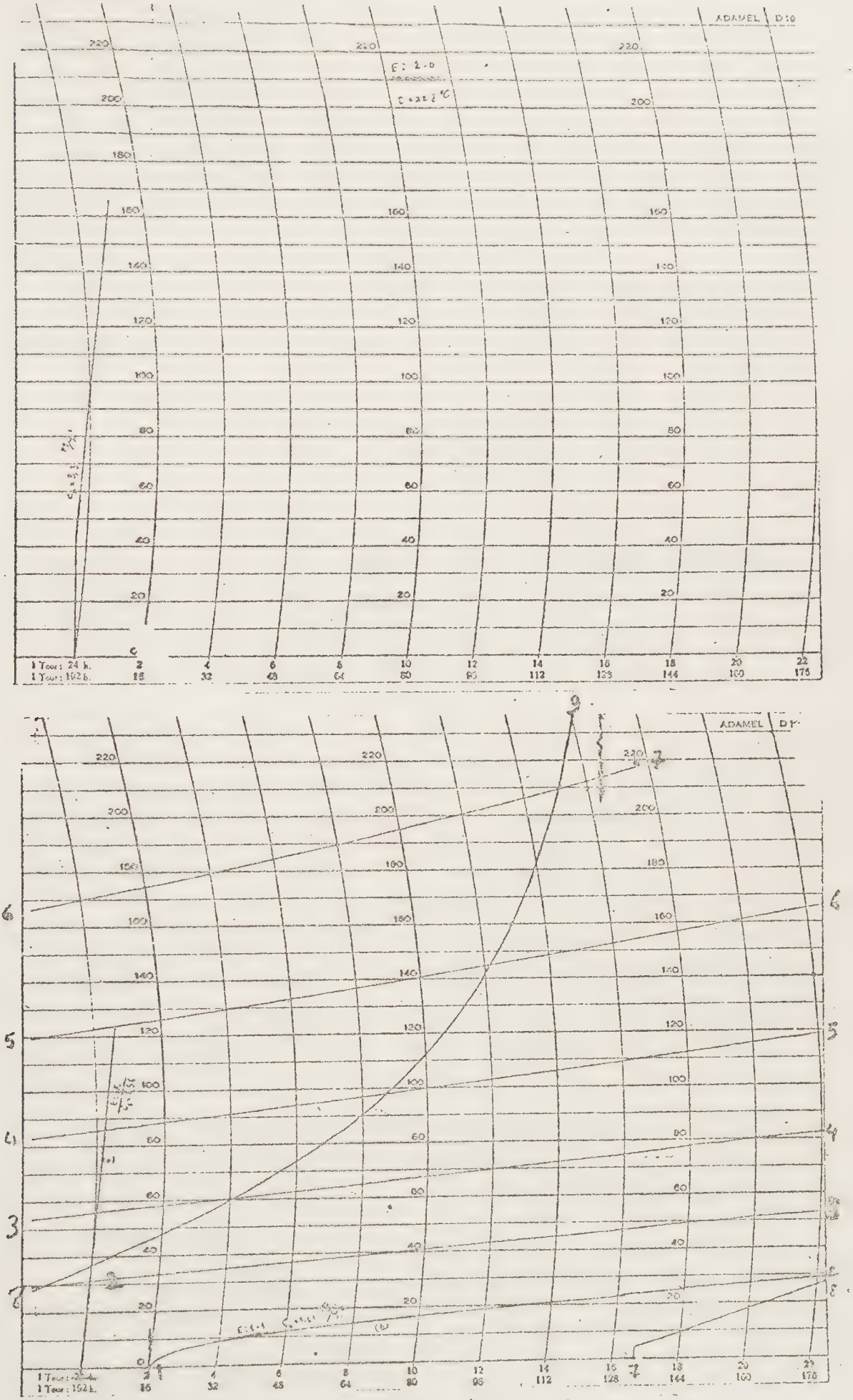


Fig. 19 c - 20

Nous avons appliqué une contrainte inférieure à l'éprouvette n° X ; 1,98 kgp/mm^2. L'éprouvette n° X a des grains un peu plus gros que ceux de l'éprouvette n° IX. L'allure de la courbe de fluage n'est pas beaucoup modifiée. Fig. (21).

On observe aussi que, plus les grains sont gros, plus l'allongement est élevé à rupture.

IV - 3 - Influence de la contrainte sur la courbe de fluage stationnaire.

L'éprouvette n°2-3 soumise successivement à 2,80, 2,90 et 3 kgp/mm^2 de contrainte, montre la sensibilité du fluage stationnaire à un changement de contrainte Fig. (22). Une telle sensibilité est également confirmé par l'éprouvette n° 203, Fig. (23). On voit que le taux de sensibilité est aussi une fonction de la grosseur des grains.

Une augmentation de contrainte de 2,66 à 3,3 kgp/mm^2 imposée à l'éprouvette n° 2-0 produit un changement de vitesse de fluage spectaculaire Fig. (19a et 19 c). Les trois stades de fluage sont alignés pour la contrainte de 3,3 kgp/mm^2.

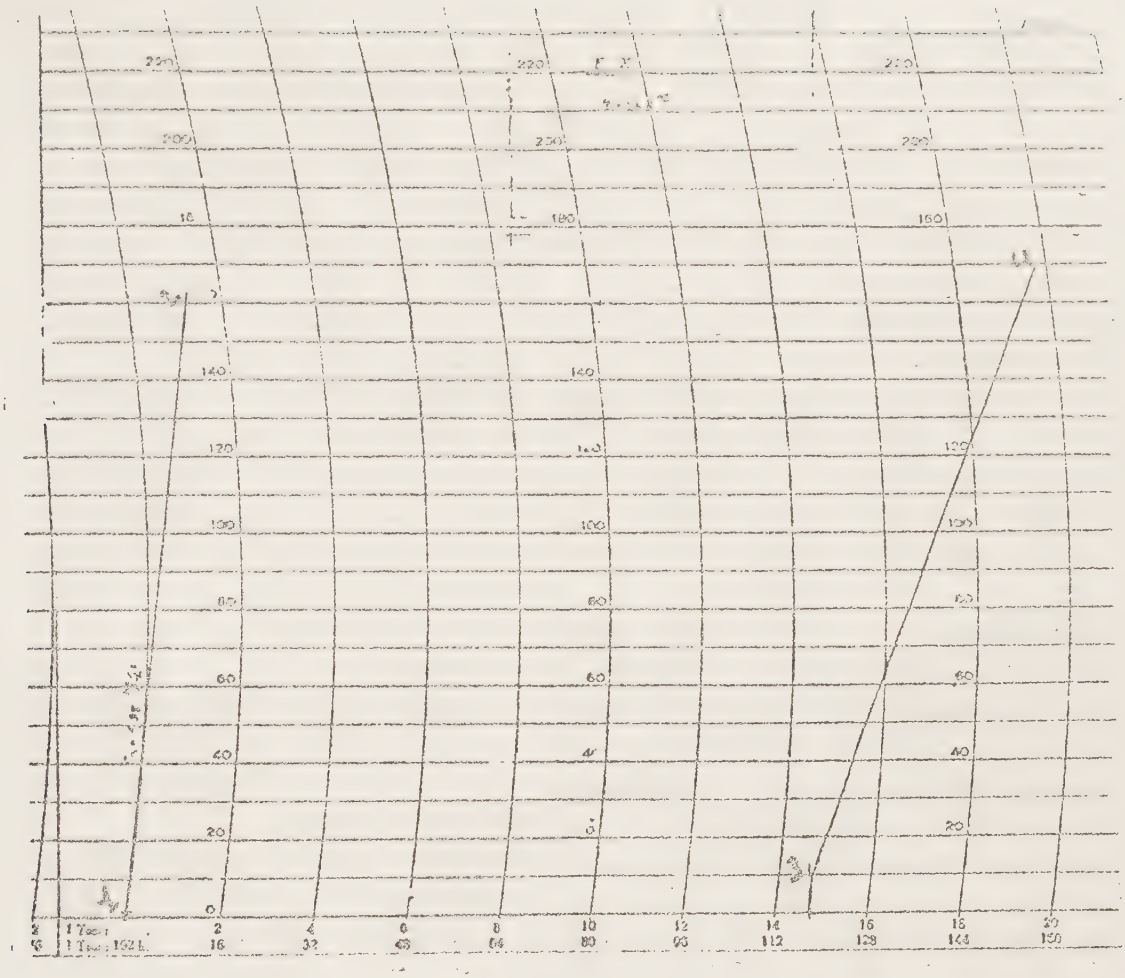
L'éprouvette n° 2-6, dont le grain est plus gros que celui de l'éprouvette 2-0, a donné, sous une contrainte seulement égale à 2,72 kgp/mm^2, une courbe dont la pente est semblable à celle de l'éprouvette n° 2-0 soumise à la contrainte de 3,3 kgp/mm^2 . Ce qui traduit l'importance de la dimension du grain pour la vitesse de fluage.

La sensibilité du fluage-restauration à la contrainte est fonction de la dimension des grains. Elle est d'autant plus élevée que le grain est plus gros, conformément à ce qu'ont trouvé différents auteurs (23,29).

La relation entre la vitesse de fluage et la contrainte est exprimée dans la formule : $\varepsilon' \simeq \sigma^{P'} sh(\lambda\sigma)$ (24)

et pour les σ pas trop élevées : $\varepsilon' \simeq \sigma^{P}$

La valeur de P à 200°C est 4,2.



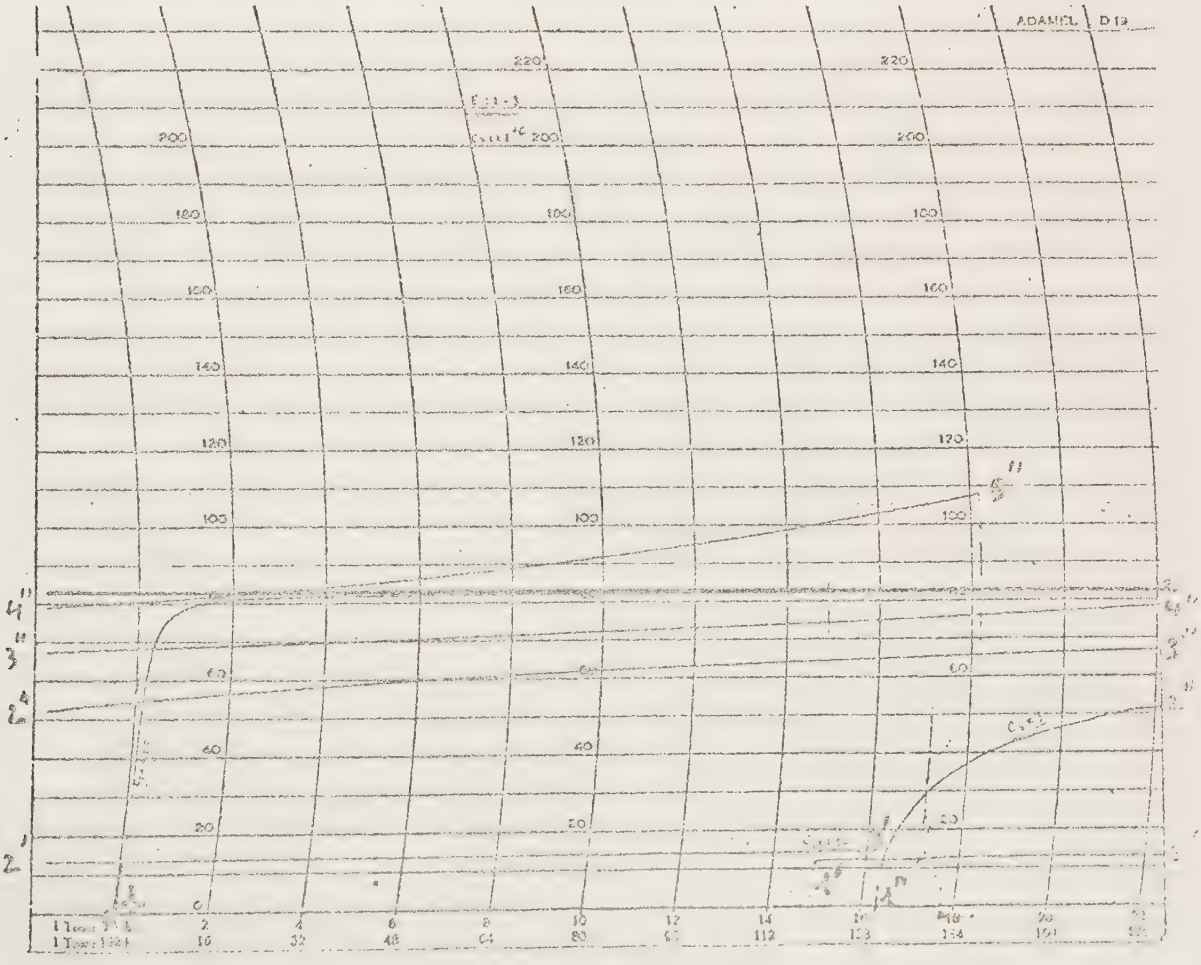
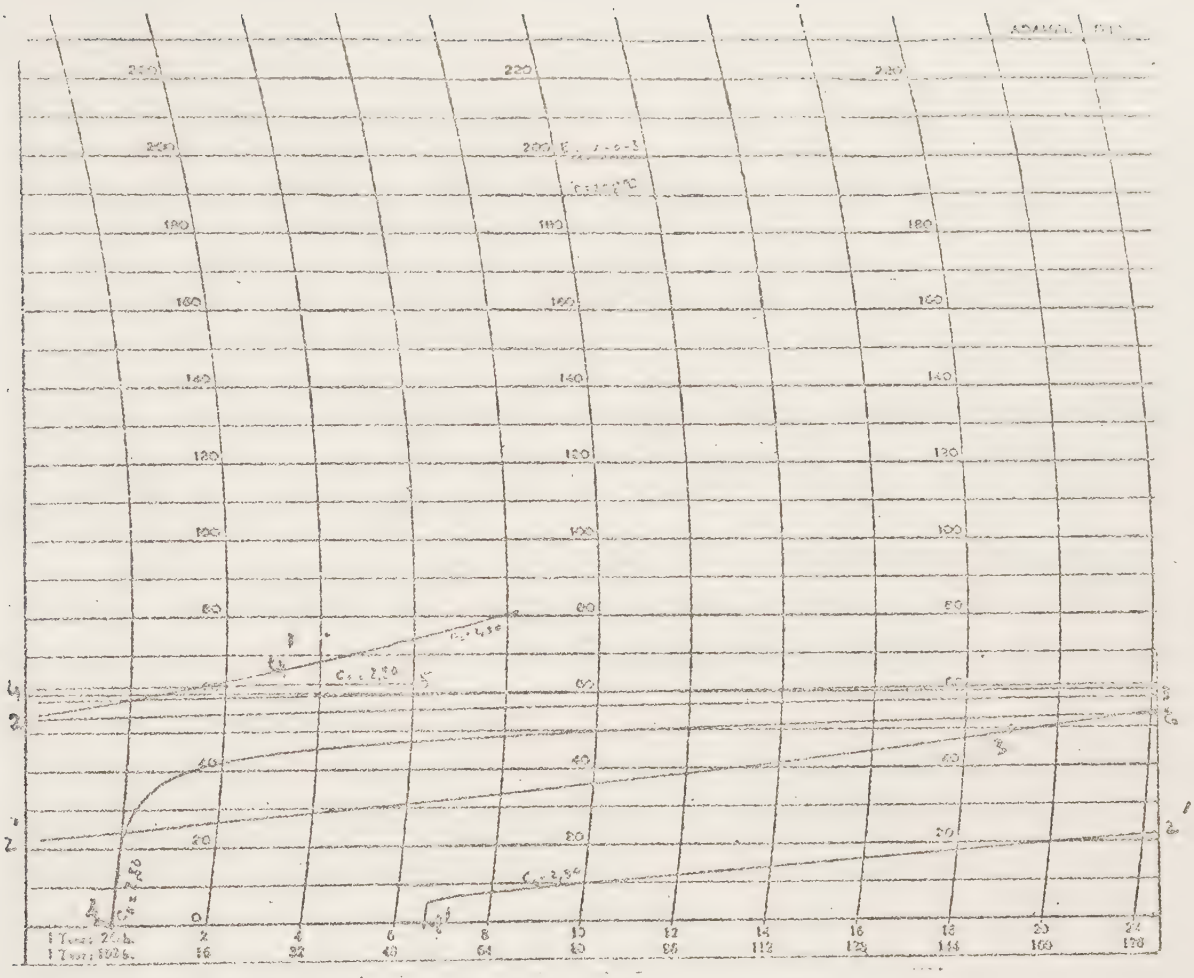
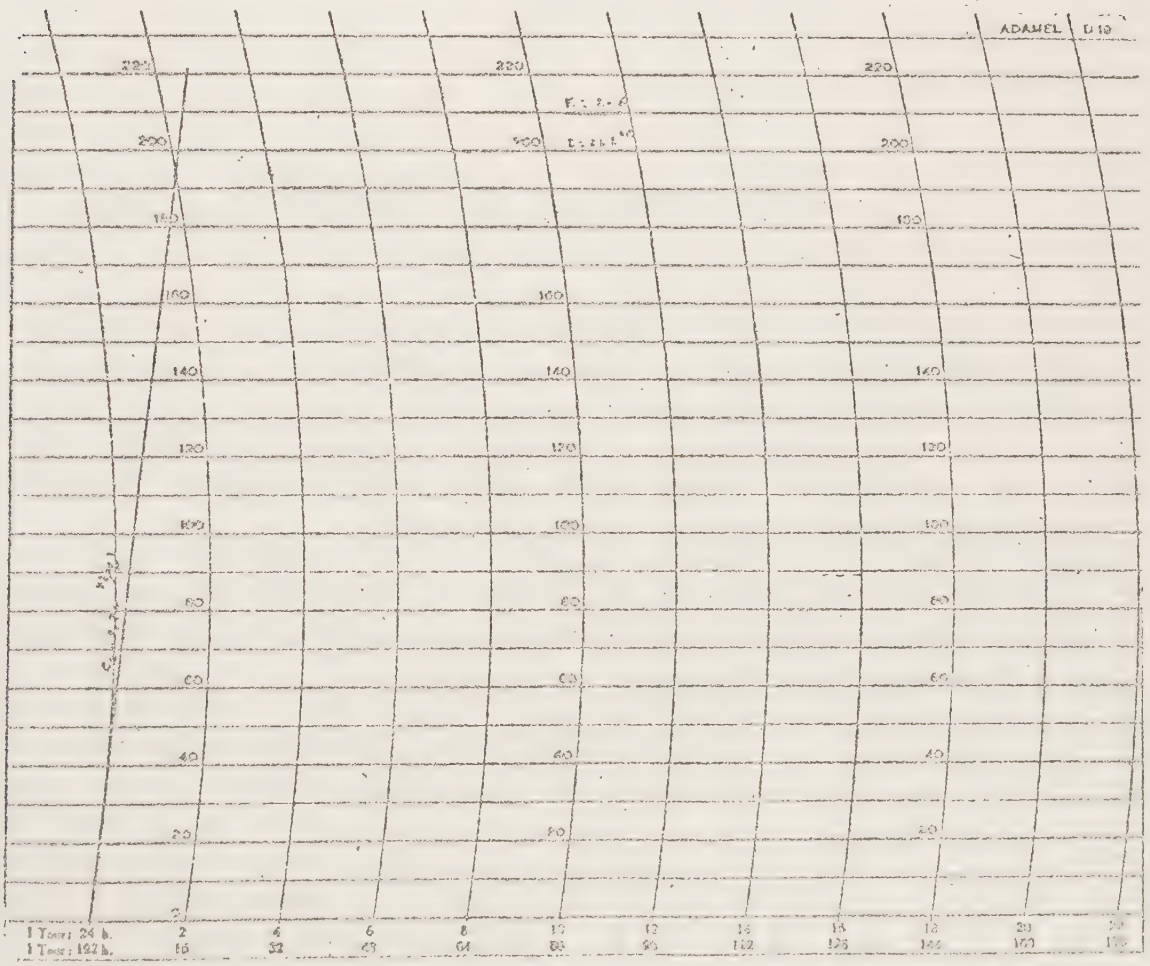


Fig. 21 - 22


ADAMEL
1 Tour; 24 h.
1 Tour; 192 h.


ADAMEL
1 Tour; 24 h.
1 Tour; 192 h.

On appelle P le coefficient de sensibilité à la contrainte

et $\mu = \frac{(\log \sigma)}{(\log \dot{\varepsilon})} = \frac{1}{P}$, le coefficient de sensibilité à la vitesse.

Dans le cas de la température et de la contrainte auxquelles sont soumises nos éprouvettes, la vitesse de déformation varie avec la grosseur du grain.

P est donc aussi une fonction de la dimension des grains. LUBAN et FELGAR (21) ont fait une étude semblable mais sur l'acier. Ils ont notamment montré la constance de μ (0,13) à 600°C pour une dimension donnée du grain .

Comparant ce résultat et l'ordre de grandeur de la sensibilité à la grosseur des grains avec la sensibilité du fluage stationnaire à la contrainte Fig. (16), il apparaît que le fluage stationnaire dans nos conditions d'essais est très sensible à la grosseur des grains .

V - EXAMEN PAR RAYONS X ET PAR MICROSCOPIE.

On a étiré deux éprouvettes (n° X et n°V) jusqu'à rupture à la température de 228°C. On prend un diagramme en méthode de LAUE par réflexion en chacun des trois points alignés sur l'un des deux morceaux de l'éprouvette . Fig. (25).

Les diagrammes montrent que du point 1 vers le point 3 la déformation croît, et qu'au cours du fluage les grains se divisent en très petits sous grains, d'orientation variable. Mais ils restent plus grands dans la région du point 1 que dans celle du point 3. Les cercles de Debye - Scherrer deviennent complets en ce dernier point.

Nous avons constaté que l'effet du fluage sur une éprouvette à gros grains n'est pas le même que sur une éprouvette à petits grains . Dans l'éprouvette à gros grains la sous-structure formée est aussi de dimensions plus grandes. Les bandes de glissement y sont cependant très fines et un deuxième système apparaît plus facilement. Les grains s'allongent dans le sens de la traction et le glissement s'étend plus loin du point de rupture que dans l'éprouvette à petits grains .

* *
*

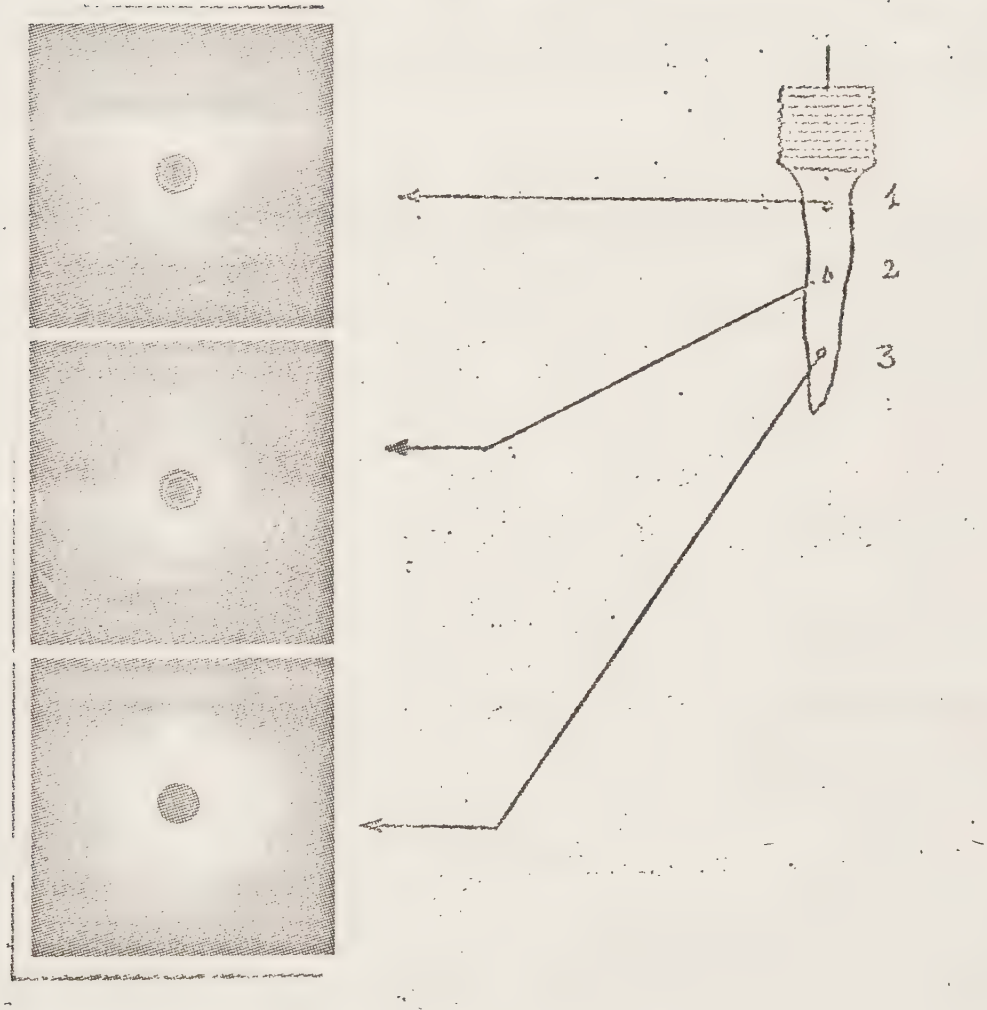


Fig. 25

Diagrammes de Laue en réflexion pour l'E : X

VI - FLUAGE D'UN GROUPE D'EPROUVETTES : (99,95% de PURETE).

Ce groupe d'éprouvettes a subi le même traitement avant la traction à chaud que les précédentes (recuit à 600°C pendant 72 heures sur l'éprouvette écrouie après recuit de 2h à 620°C de l'éprouvette usinée) . On a pu obtenir des grains relativement plus gros . Un écrouissage d'environ 1% a donné une éprouvette quasi-monocristalline.

VI - 1. Observations des courbes obtenues :

Nous avons réuni les résultats obtenus dans le tableau ci-dessous.

Eprouvette n°	taux d'écrouissage initial	nombre de grains composant l'éprouvette	contrainte en Kgf/mm²	vitesse du fluage stationnaire en % h.	observation
E:312	1%	∿1	1	> 5	monocristal
E:322	2%	6	0,35	$0,50 \times 10^{-2}$	
E:342	4%	8	0,55	$0,53 \times 10^{-2}$	étirée jusqu'à 7,7%
E:323	1,8%	10	0,4	$0,60 \times 10^{-2}$	étirée jusqu'à 12,5%
E:341	4%	7-8	1,1	5	étirée jusqu'à 3,4%

Tableau des résultats fournis par les courbes de fluage .

On observe tout d'abord que l'augmentation du nombre de joints, dans le cas des éprouvettes E:322 et E:342 nécessite une augmentation notable de la contrainte (de 0,35 à 0,55 kgp/mm^2) pour maintenir la vitesse de fluage à la même valeur (0,5 .10^{-2}%h environ). Ce qui est en accord avec nos résultats précédents.

Un léger désaccord apparaît néanmoins entre les éprouvettes 342 et 323. Malgré un nombre de grains plus grand (10 au lieu de 8) c'est l'éprouvette 323 qui nécessite la contrainte la plus faible pour maintenir une vitesse de fluage à peu près égale à celle des deux éprouvettes 342 et 322.

Mais il faut considérer que dans le cas des éprouvettes à gros grains l'influence des joints de grain perd de son importance.

Ces résultats ne sont pas en contradiction avec la théorie , mais il convient de doser les diverses influences dans leur juste proportion .

Un joint entre deux grains assez fortement désorientés offre un obstacle à la propagation des dislocations. C'est ce qui explique que les polycristaux sont en général plus " durs " que les monocristaux de même nature, et d'autant plus que leur grain est plus fin . La différence sera naturellement d'autant plus marquée que les monocristaux ont moins d'obstacles internes (5). Pour ces deux éprouvettes interviennent la perfection de chaque grains, la différence d'orientation, le nombre de joints.

Certains auteurs (24,25) expriment qu'aux basses températures, un métal résiste d'autant plus que les grains sont plus petits, et qu'avec une charge et une température données la vitesse du fluage augmente quand les grains sont plus gros. Mais aux hautes températures l'inverse se produit. Cela est vrai à condition que la dimension du grain n'excède pas une certaine dimension (environ 0,2 mm).Dans la zone de température intermédiaire " la zone de température d'équicohésion ", la résistance et la vitesse de fluage ne dépendent pas de la grosseur des grains. On peut en déduire que les qualités du joint et du grain ont un rôle équivalent à cette température.

Mais pour les grains assez gros la courbe de la variation de la vitesse de fluage en fonction de la taille des grains est croissante (24,26;27).

La courbe de vitesse du fluage stationnaire mesurée pour le monel pour les différentes grosseurs de grains à la température de 595°C ($\frac{T}{Tf} \simeq 0,54$ donc dans des conditions peu différentes des nôtres $\frac{T}{Tf} \simeq 0,54$) passe par un minimum qui se situe à un diamètre du grain d'environ 0,2 mm Fig. (26bis). CRUSSARD (28) a trouvé 0,3 mm dans d'autres cas. Nous avons étudié des éprouvettes dont grosseur des grains dépasse cette valeur .

La résistance au fluage varie avec la pureté :

Pour obtenir la même vitesse de fluage on a dû appliquer une contrainte de 0,8 kgp/mm^2 aux éprouvettes les plus pures et 1,5 kgp/mm^2 aux éprouvettes les moins pures . La pureté des éprouvettes les plus pures est de 99,95 %, celle des moins pures 99,5 % . Dans cette expérience la dimension du grain est la même pour toutes les éprouvettes .

Les ségrégations d'impuretés aux joints diminuent la mobilité Et cette mobilité dépend encore de la nature des atomes d'impureté (22).

La résistance au fluage varie avec la dimension du grain :

On a dû appliquer une contrainte de 3 kgp/mm^2 aux éprouvettes les moins pures à petits grains pour obtenir la même vitesse de fluage que ci-dessus. JAOUL (29) a constaté que pour l'étain la résistance au fluage croît avec la finesse du grain.

VI - 2 - Changement de structure au cours du fluage.

VI - 2 - 1 Joint de grain , observation au microscope.

La déformation totale dans un échantillon est la somme du glissement au joint de grain et du glissement cristallographique.

Un joint de grain, par définition est une région ou une surface commune entre deux cristaux qui ne diffèrent que par leur orientation. Son épaisseur est très faible, de l'ordre de quelques distances interatomiques.

Pour ce modèle du joint de nombreuses théories sont propos ROSENHAIN (30) a tout d'abord supposé qu'un joint de grain est

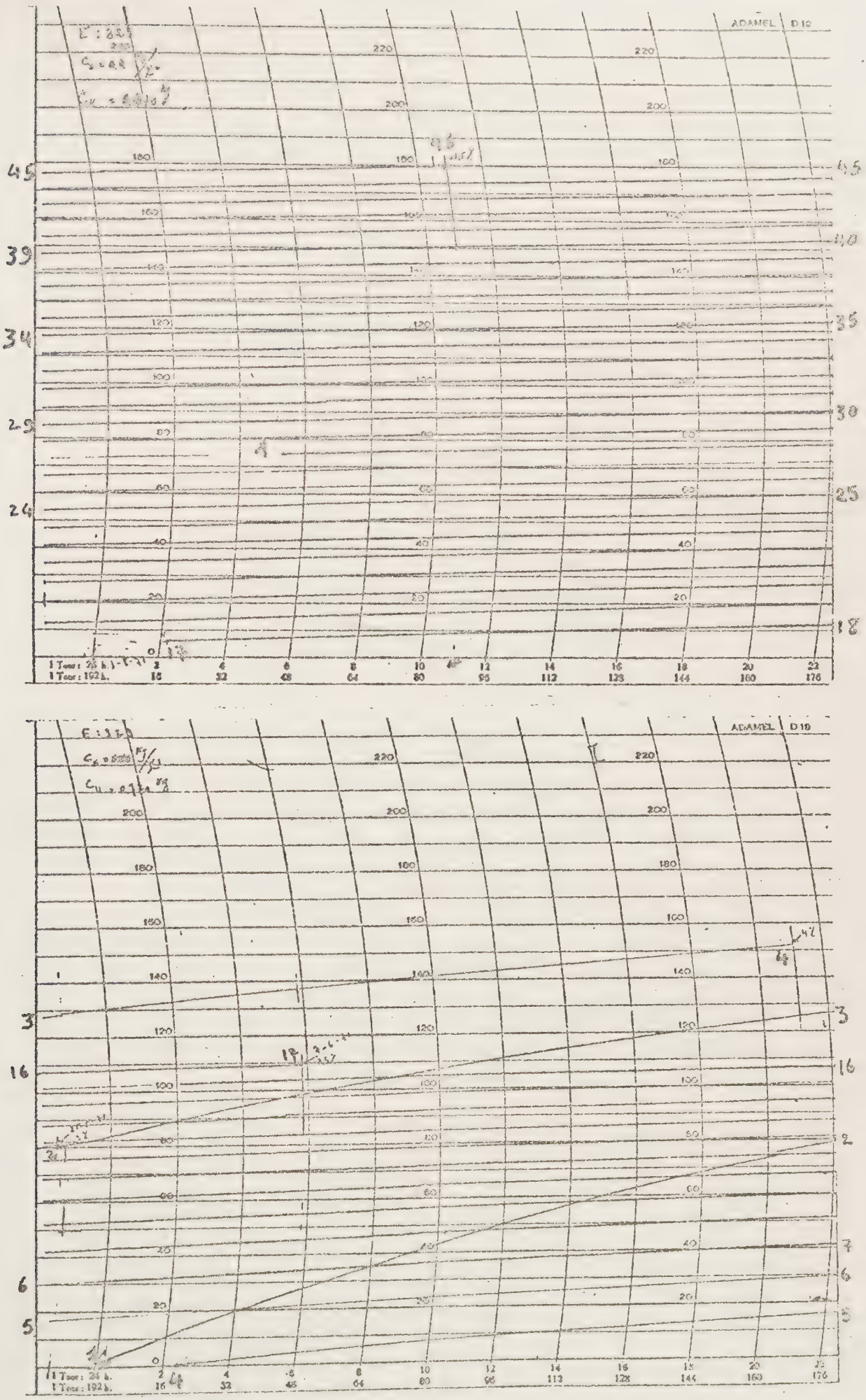


Fig. 26

courbe de fluage de l'E : 323.

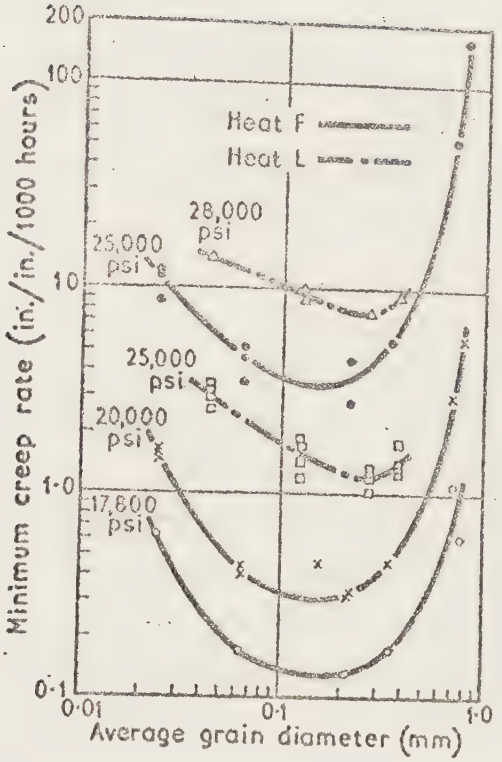


Fig. 26 bis

Variation de la vitesse du fluage stationnaire avec la dimension du grain de monel à 595°C

(d'après 27)

une zone amorphe dans laquelle les atomes se trouvent comme dans l liquide à l'état surfondu ; HARGREAVES et HILLS (30) ont considéré que le joint de grain appartient pour une ou deux couches d'atomes aux cristaux voisins.

Les autres théories précisent ou développent ces deux théories. La théorie des " îlots " de Mott (31) et celle de la " diffusion structurale " exprimée par KÊ (32) sont également présentées pour décrire le joint de grain et expliquer le mécanisme de glissement.

La largeur d'un joint de grain dépend de la différence d'orientation entre les deux grains adjacents ; plus elle est grande moins le joint est large. La largeur dans le cas ordinaire ne dépasse pas trois distances interatomiques (33), Mott considère qu'un joint de grain est formé d'un ensemble d'atomes mal arrangés dans lequel se trouvent des atomes bien arrangés sous forme d' " îlots " ; ils sont en position intermédiaire, ils peuvent donc être considérés comme des atomes de l'un ou de l'autre crist Puis il est supposé que :

a) Les îlots sont des régions dans lesquelles la résistance au glissement est négligeable.

b) Sous l'effet de la contrainte ou de l'agitation thermique les atomes de la région en mauvais arrangement qui se trouvent autour des îlots, deviennent alors en désordre comparable à l'état liquide, et la résistance au cisaillement s'annule localem et le glissement aura lieu.

La région séparant la partie glissée de celle non encore glissée contient des dislocations(33).

L'énergie libre pour n atomes autour d'un îlot au point de fusion Tm est nulle . A la température de zéro degré absolu el est égale à n L, et à une température donnée elle est égale à $nL\left(1-\frac{T}{Tm}\right)$. Il en résulte que la vitesse de glissement dépend de la température, de la contrainte appliquée, du point de fusion, et d la chaleur latente de fusion du métal L.

Kè, étant donnée l'égalité entre l'énergie d'activation pour le glissement de la frontière d'un grain et celle de l'auto-diffusion à l'intérieur du grain, dans le cas des métaux pour lesquels elles sont connues, a déduit qu'un joint contient un ensemble de défauts réticulaires responsables de la diffusion, c'est-dire des lacunes, et qu'il n'existe pas de défauts particuliers .

La vitesse de glissement est exprimée dans ce cas là par la relation suivante :

$$v = (\text{const}) \frac{\sigma}{KT} \exp\left(-\frac{Q}{KT}\right)$$

où Q est l'énergie d'activation nécessaire pour le glissement. D'après les données expérimentales , Mott a trouvé une valeur de la constante égale à 6×10^{-5}.

D'après le modèle de SMOLUCHOWSKI (34) le joint de grain contient des dislocations individuelles , et entre elles une région peu désordonnée ; ce modèle est valable quand la désorientation ne dépasse pas 15° . A partir de cette valeur les dislocations se réunissent et forment des ensembles de dislocations , " dislocations géantes " , ou des régions désordonnées limitées par des régions moins désordonnées . Quand la désorientation dépasse 35° le désordre s'étend dans toute la région .

L'énergie calculée pour un joint par le moyen de la chaleur latente de fusion est bien égale à celle qui est mesurée, et à celle qui est calculée par le moyen de la théorie des dislocations pour les désorientations élevées des joints de grain composés de dislocations ; mais il n'est pas tellement vrai de considérer un joint comme étant composé seulement de dislocations, car elles seraient tellement compliquées qu'il serait difficile de retrouver leur unité individuelle . (33).

Relation frontière - grain.

Des expériences (9) ont montré qu'en fait le glissement aux frontières est conditionné par le glissement à l'intérieur des grains. Ainsi, avec le laiton β , des essais faits sur une échelle de température chevauchant la température ordre-désordre de cet alliage, ...

tent de constater qu'en allant de l'état ordonné à l'état désordonné la vitesse de fluage est multipliée par 10. En même temps la vitesse de glissement des joints est aussi multipliée par 10. Dans ce cas le changement métallurgique affecte l'intérieur du grain . Le fait que la vitesse de glissement du joint soit affectée dans la même proportion démontre qu'elle est contrôlée par celle du grain . D'autres expériences confirment ce résultat Joints en dents de scie.

Certains joints initialement rectilignes présentent, après fluage, dans certaines conditions, des dents de scie. Cet aspect a été observé dans les alliages Fe- Si (35) et Al - Mg , mais aussi dans l'aluminium (36). Il est connu que ce phénomène est observé après un fluage à600°C.Aux températures supérieures les dents de scie deviennent plus rares . D'autre part, ces mêmes auteurs ont constaté que le pourcentage des joints dentelés croît avec la contrainte et que la dimension des dents de scie décroît.

Nous admettrons avec NAMDAR (35) que les dents de scie sont un état de transition entre l'état polygonisé et l'état non polygonisé . Quand les sous-blocs bordant le joint ne sont pas formés du tout, ou au contraire sont complètement terminés, le joint est lisse . En l'état intermédiaire les dents de scie se forment.

Mais on doit pouvoir observer ce phénomène si on permet à la polygonisation de se produire malgré la température trop basse. Pour cela il devrait être suffisant d'augmenter l'effet du recuit par l'augmentation de sa durée et de diminuer l'effet de la contrainte en diminuant sa valeur. Cette expérience est donc facile à faire et c'est ainsi que nous avons obtenu des dents de scie à 223°C et à faible contrainte et confirmé en étendant le champ de l'expérience, le point de vue de NAMDAR.(Fig. 27 et 27 -1).

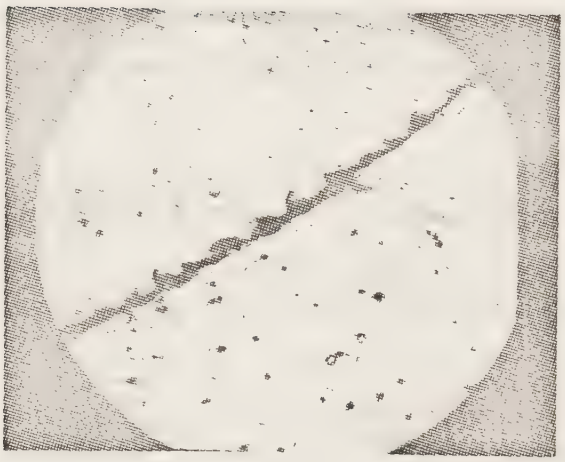


Fig. 27 (x 150)

Fig. 27 bis (x 150)

Exemple de joints en " dents de scie " après 7,7 % d'allongement.

Glissement et migration des joints . (14)

Les frontières des grains, même quand les éprouvettes sont spécialement confectionnées pour l'étude des bi-cristaux, ne sont pas parfaitement rectilignes . Après un léger glissement de l'interface le mouvement est arrêté par des protubérances . Les grains sont alors verrouillés, et la vitesse de glissement est donc déterminée par la vitesse de l'écoulement plastique aux protubérances . Il en résulte que la vitesse de glissement le long d'une frontière n'est pas constante dans le temps, parce que les dislocations forment d'abord des groupes d'empilements qui sont ensuite relaxés. La relaxation locale peut être envisagée comme un processus par lequel les dislocations dans l'empilement montent vers la frontière, comme il est indiqué Fig. 28 . De cette façon un flot de lacunes est crée le long de la frontière vers les dislocations montantes . En conséquence, l'énergie d'activation pour que la frontière du grain glisse, peut être identifiée à celle du fluage stationnaire . Après montée, les dislocations sont répandues plus uniformément le long de la frontière, et sont ainsi plus à même de donner lieu à la migration pendant la cessation temporaire du glissement .

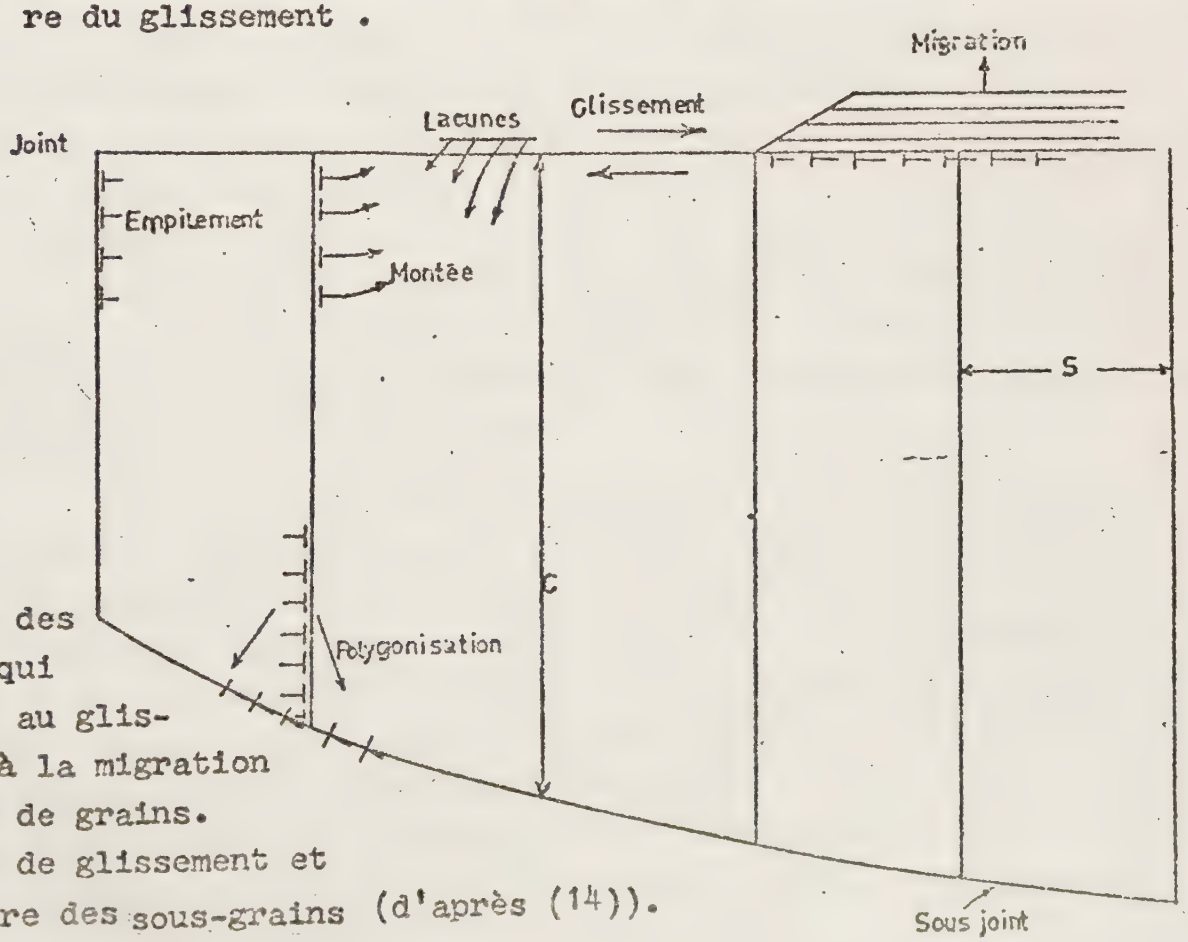


Fig. 28

cession des
cessus qui
duisent au glis-
ent et à la migration
joints de grains.
espace de glissement et
diamètre des sous-grains (d'après (14)).

CHANG et GRANT (36) ont exprimé que le fluage est plus marqué le long de certaines frontières plutôt que d'autres (voir plus loin Fig. 46).

La différence de glissement entre les frontières peut provenir des tensions interfaciales sur les grains limités par ces frontières, d'où la relation suivante entre l'énergie libre interfaciale λ des grains et l'angle α entre eux :

$$\frac{\lambda_1}{\sin\alpha_1} = \frac{\lambda_2}{\sin\alpha_2} = \frac{\lambda_3}{\sin\alpha_3}$$

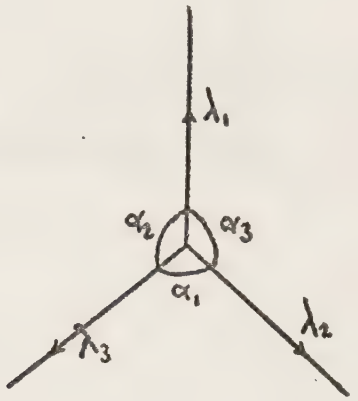


Fig. 29

JASWON et FOREMAN (37) ont considéré une frontière entre deux grains ayant le même module élastique . Le plan de glissement pour les dislocations n'est pas le même dans les deux cristaux, donc quand la dislocation rencontre la frontière, elle continue à se mouvoir le long de la frontière . Head (38) a supposé une frontière avec un changement de module élastique, mais sans changement d'orientation . Dans ce cas, une dislocation qui s'approche du grain à bas module élastique est expulsée, tandis qu'elle est absorbée par le grain ayant le module élevé .

Un joint de grain est généralement un obstacle au glissement, excepté toutefois dans le cas où les dislocations peuvent passer du grain ayant le module élastique faible au grain ayant le module élastique élevé comme on vient de le voir précédemment .Les bandes de glissement dans le cas de la vitesse assez basse (pour l'E : 342 la vitesse de fluage stationnaire est de $0{,}53 \times 10^{-2}$ % h), ont des marches très grandes, et la distance entre elles est assez large de l'ordre de 80 μ jusqu'à 30 μ . Les bandes de glissement en rencontrant la frontière,et même avant qu'elles ne la rencontrent

s'arrêtent , (Fig. 30).

Fig. 30

Les bandes de glissement s'arrêtent avant de rencontrer la frontière. (E : 342 après 7,7 % allongement à t = 228°C) x 100.

Quand la vitesse de fluage est assez élevée (par exemple pour l'E : 341 V = 5 % /h) les bandes de glissement sont beaucoup moins espacées de l'ordre de moins de 3 µ (Fig. 31) . L'effet de la frontière est moindre, ... les bandes de glissement arrivent sur la frontière, et même déclenchent dans le grain adjacent un système de glissement .

Fig. 31 x 100

E . 341 étirée à une vitesse de 5% h.
Bandes de glissement serrées.
Migration du joint.

Sur le laiton 70/30 (39) la distance entre deux bandes de glissement diminue de 1000 à 300 Å quand la dimension du grain décroît de 0,3 à 0,05 mm. Dans le cas du changement de vitesse de $0{,}55 \times 10^{-2}$ % heure à 5 % heure la distance diminue de 30 µ à environ 3 µ . On voit que l'effet de la grosseur des grains est dans le sens inverse de celui du changement de vitesse.

Un cristal dans un polycristal se déforme de façon très compliquée . En effet, si l'on ne considère que les systèmes $\{111\}\langle 110\rangle$, le glissement peutse produire sur l'un ou plusieurs des quatre plans qu'on appelle

1/ plan de glissement principal

2/ plan de glissement secondaire

3/ plan des glissements déviés

4/ plan de glissement critique.

Et comme dans chacun de ces plans il y a trois directions de glissement possibles cela fait 12 systèmes de glissement . Expérimentalement on en a observé, jusqu'à 4 dans les monocristaux (39) et cinq dans les polycristaux (40,41) .

Dans ce dernier cas on a constaté que le glissement n'est pas toujours limité aux plans $\{111\}$ mais peut aussi avoir lieu sur les plans $\{100\}$ ou $\{110\}$ (42).

La force supplémentaire pour réaliser ces glissements montre que plus les grains sont petits, plus la résistance à fluer est élevée . La courbe de cisaillement, dans le cas de la déformation de l'aluminium est horizontale quand un cristal est orienté pour glisser suivant une direction de glissement, mais quand l'orientation fait intervenir plusieurs systèmes de glissements la ligne a une pente (43) . L'effet de complexité est responsable d'environ la moitié de l'écrouissage d'un polycristal (33).

Une frontière individuelle glisse par à-coups comme une bande individuelle de glissement . Pour chacun de ces à-coups le glissement est faible (44).

Les déplacements aux frontières s'observent en général au cours du fluage lent aux hautes températures (6,22). La Fig. (32) pour l' E : 342, montre un déplacement assez important à la frontière après 1,25 % d'allongement surtout pour celle qui se trouve en position favorable par rapport à l'axe de traction .

D.T.

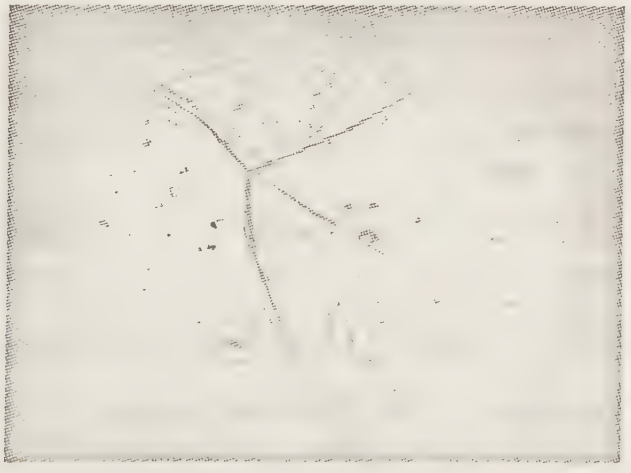
Fig. 32 x64

Eprouvette 342 après 1,25 % d'allongement à la vitesse de $0,53 \times 10^{-2}$ % heure à 228°C . Glissement des frontières à un point triple. Bandes de glissement dans les grains .

Les observations sur l'échantillon E : 342 ($\dot{\varepsilon} = 0{,}5 \times 10^{-2}$ % h et t = 228°C) montrent que le déplacement aux frontières est considérable, de telle façon que la contribution de déformation des grains (e_g) est bien inférieure à la déformation totale (e_s) . Comme l'a confirmé RACHINGER (45), aux vitesses lentes et aux températures s'échelonnant entre 20 et 200°C, la valeur de e_g / e_s est peu différente de 1. Mais celle-ci devient très petite aux environs de 250°C.

Déformations relatives frontière - grain.

Au cours du fluage une certaine déformation globale est répartie entre les frontières et les grains . Si la disposition des grains est telle qu'ils résistent à la déformation, les frontières subiront de grandes perturbations . Réciproquement , si les grains se déforment facilement, les frontières résistent mieux. Ce phénomène est évidemment atténué par celui de l'entraînement réciproque frontière - grain . Mais on peut l'observer tout de même. Ainsi, l'E. 341 (Fig. 33) , déformée à vitesse rapide (5 % heure à t = 228°C) présente une perturbation aux frontières moins grande que l' E. 342 (Fig. 32) déformée à vitesse plus lente ($0{,}5 . 10^{-2}$ % heure à t = 228°C). Par contre, les grains de l'E. 341 (Fig. 35) sont plus déformés que ceux de l'E. 342 (Fig. 34) . Ces deux figures sont des diagrammes de Schulz. Tandis que les taches de l'éprouvette 341 (Fig.35) sont floues et continues, celles de l'éprouvette 342 (Fig. 34 sont nettement subdivisées. Ce qui traduit d'une part un réseau déformé et d'autre part un réseau ayant subi une " Polygonisation " in situ ", donc déjà restauré.



D.T.

Eprouvette 341 après 3,4% d'allongement à la vitesse de 5%/h et à la température de 228 Début de fracture longue du point triple.

Fig. 33 x 100

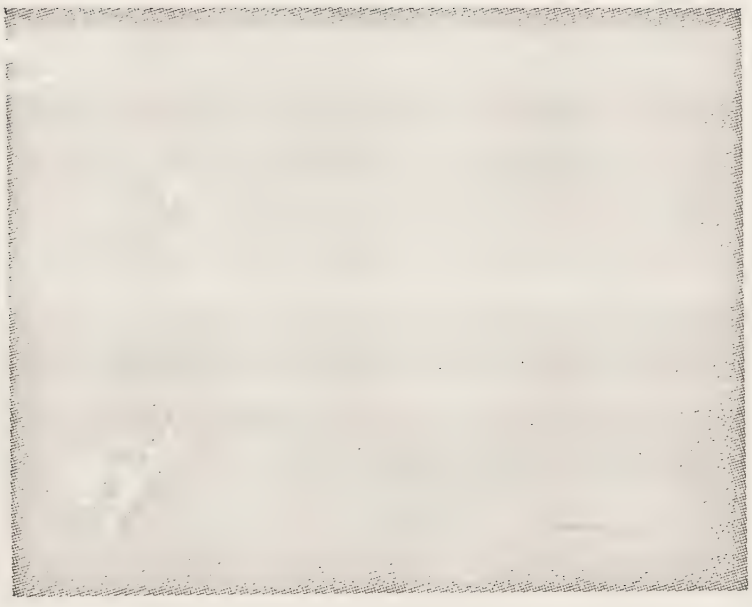


Fig. 34

Diagramme de Schulz de l'E : 342 après 4% d'allongement.

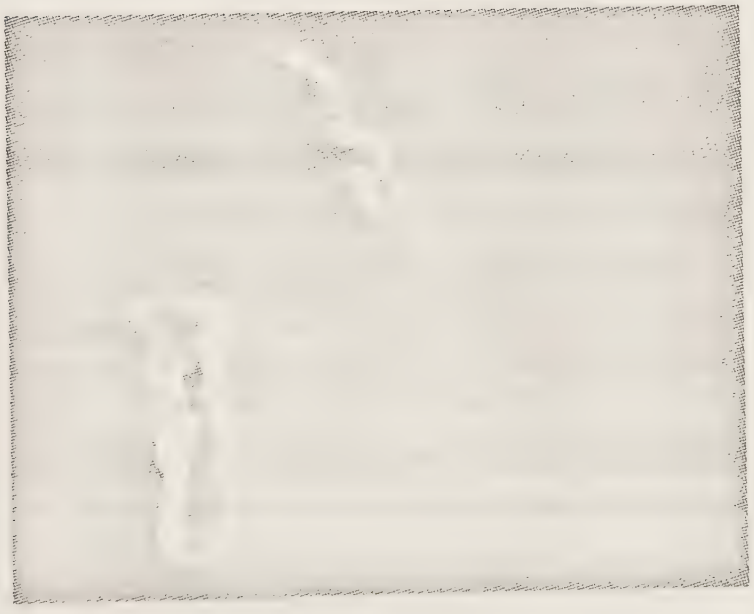


Fig. 35

Diagramme de Schulz de l'E : 341 après 3,4% d'allongement.

Fig. 36 et 37. x 100

Apparition d'une fracture à un point triple après 1,25 et 7,7% de l'E : 342.

Il est intéressant d'examiner les points triples ou quadruples.

Après un allongement de 1,25 % (Fig. 36) puis de 7,7 % de l'E. 3[illegible] (Fig. 37) il se forme une fracture au point triple, qui s'étend en largeur, se ramifie et produit ainsi une perturbation très importante.

La fracture est à peu près perpendiculaire à l'axe de traction .

A vitesse de fluage rapide (E : 341), les fractures aux points triples sont nombreuses, tandis qu'à vitesse lente, elles sont moins fréquentes (E : 342 , E : 323) même après 7,5 et12, 5 % d'allongement. A vitesse rapide, les fractures sont plus allongées mais moins étendues Fig. (33).

Le glissement varie évidemment avec l'orientation de la frontière par rapport à l'axe de traction . Mais, l'orientation des grains joue aussi un rôle important dans le glissement des joints. Ainsi, si on choisit deux frontières faisant le même angle avec l'axe de traction, comme celles qui sont dans la partie supérieure de la figure (37), on constate que malgré cette égalité angulaire le comportement au glissement diffère de l'une à l'autre . Le point triple représenté sur les Fig. (38,39) ne présente pas un taux important de glissement aux frontières respectivement après 4 % et 7,7 % d'allongement . Mais une fracture apparaît dans une direction un peu oblique par rapport à l'axe de traction . Celle -ci a provoqué une perturbation qui dépasse au-delà d'un joint de grains ; quand le fluage continue , la perturbation s'étend, alors que le glissement n'atteint pas un taux important aux frontières. Par contre un autre point triple, à quelques millimètres de celui dont on vient de parler ci-dessus présente un glissement beaucoup plus important Fig. (40,41).

On a observé au cours du fluage, des arrangements de figures d'attaque en général parallèles à l'axe de traction, qui augmentent en nombre et s'élargissent , se réunissent, au fur et à mesure que le fluage avance . Les figures (42,43) représentent des arrangements de ces figures d'attaque thermique après un allongement de 7,5 % (E : 323). L'une est perpendiculaire à la frontière et l'autre sous forme de canne . La Fig. (44) (E : 342) montre un arrangement de ces figures, parallèle à l'axe de traction, ce qui est très fréquent après 7,7 % d'allongement . Cette observation peut probablement être similaire à ce qu'à trouvé JACQUET (46) par gravage . Les figures d'attaque pourraient être dues aux points d'émergence de groupes

ment de ces figu-

s d'elle . Fig. (45).

Fig. 38 x 150
après 4%

Fig. 39 x 150
après 7,7%

Fig. 40 x 100
après 4%

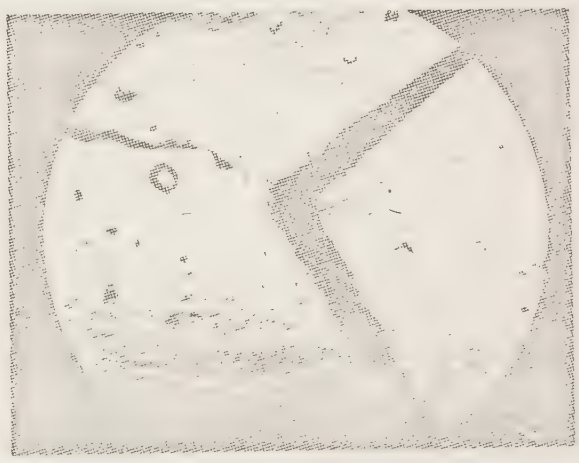


Fig. 41 x 100
après 7,7%

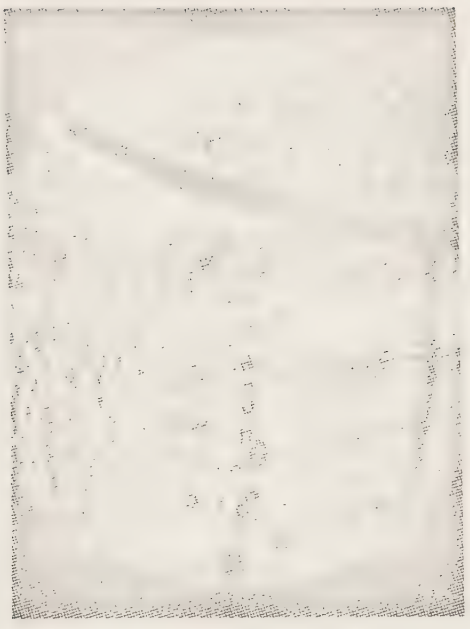


Fig. 42 x 150

Fig. 43 x 150

Arrangements des figures d'attaque thermique après 7,5% d'allongemnt de l'E : 323 . Ce sont probablement des points d'émergence de groupes de dislocations (x 150).

Fig. 44 x 150

Fig. 45 x 100

Arrangement des figures d'attaque thermique parallèles à l'axe de traction (Fig. 44) et près d'une frontière (Fig.45) après 7,7% d'allongement (E. 342).

Les figures 46,47 et 48 mettent en évidence le déplacement et la perturbation après des allongements de 2 % ; 7,5 et 12,5 % autour de points triple et quadruple.

Les figures 49 et 50, de l'E 323 mettent en évidence le déplacement d'un point triple par rapport à la fracture entre 7,5 et 12,5 % d'allongement.

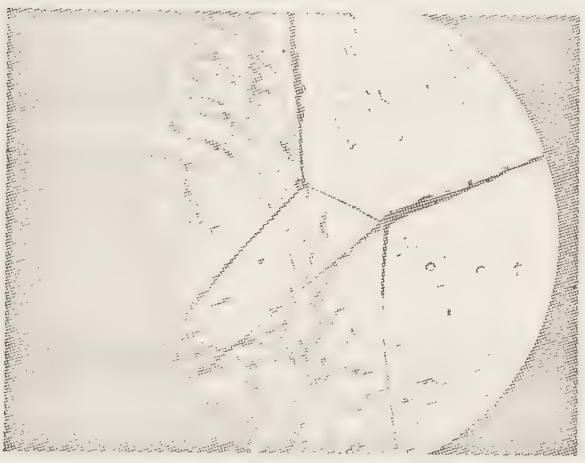


Fig. 46 x 150

Fig. 47 x 150

Fig. 48 x 150

Un point triple et un point quadruple après 2 ; 7,5 et 12,5 % d'allongement E : 150.

Fig. 49 x 150

Fig. 50 x 150

Pls. 49 - 50

Fracture et déplacement d'un point triple après 7,5 et 12,5 % d'allongement (E : 32%).

VI - 2 - 2 Migration aux joints de grains au cours du fluage.

La frontière migre pendant le fluage. Ce phénomène est celui de la croissance d'un grain par la diffusion des atomes au joint de grains . La mesure sur l'aluminium de 99,98 % (47) a donné une énergie d'activation apparente d'environ 9000 cal/mol pour la migration des joints de grain . Elle est supérieure à celle du glissement du joint de grain . La migration de la frontière ne contribue pas à la déformation , mais au contraire elle adoucit la contrainte à travers la frontière . La frontière migre vers une nouvelle position pour être plus favorable au glissement du joint de grain. Nos résultats montrent en effet que le glissement est plus faible quand il y a migration . Le fluage a un caractère cyclique (36), son accélération est accompagnée du glissement de la frontière , et son ralentissement de la migration du joint de grain.

Il y a deux causes possibles distinctes de migration (9) . L'une est la suivante : le fluage emmagasine une certaine quantité d'énergie de déformation dans les grains sous forme de dislocations, et les frontières tendent à migrer vers le grain ayant l'énergie emmagasinée la plus grande . L'autre, d'après laquelle, tandis que les frontières absorbent des dislocations, ces dernières poussent les frontières.

Au fur et à mesure que le fluage se développe, le glissement des frontières, donc la migration des joints, se produit à une fréquence de plus en plus élevée (44).

On sait en effet (6,36) que la migration et le glissement se produisent successivement et de façon cyclique au cours du fluage. Quand la vitesse est rapide le palier de déformation dû à la migration (le fluage est stoppé dans la région frontière pendant la migration) est plus long qu'à vitesse lente .

La migration des joints de grain est très bien observable quand la vitesse de déformation est grande . La Fig. (31) montre la migration du joint de grain pour l'E : 341 après 3,4 % d'allongement . La migration est difficilement observable sur les échantil-

lons étirée à faible vitesse comme l' E : 342 et l' E: 323.
La Fig. (51) montre un faible taux de migration du joint pour l'E : 323 après 4 % d'allongement.

Ces observations nous conduisent aux conclusions suivantes :

Quand la vitesse de fluage est rapide, l'accumulation des dislocations dans le grain et dans la frontière est importante . . . . . Et c'est ce surnombre de dislocations qui facilite la croissance de l'un des grains au détriment d'un autre .

Quand la vitesse de fluage est lente, les dislocations ont le temps de s'arranger en parois (polygonisation) voire même de s'anihiler et de ce fait la frontière a la possibilité de continuer à glisser .

Fig. 51 x 200

Migration d'un joint de grain de l' E : 323 après 4 % d'allongement.
Cette migration est très faible par rapport à celle de l' E : 341 (Fig. 31) .

VI - 2 - 3 Changements structuraux dans le grain au cours du fluage.

Observation au microscope et par Rayons X.

Le changement structural le plus important dans les métaux purs est la polygonisation dans certains et la recristallisation dans d'autres. Dans les métaux pur, la recristallisation a été trouvée dans le plomb , le nickel, le cuivre et le fer γ , tandis que l'aluminium , le fer α , le magnésium, le cadium, l'étain et le zinc ne recristallisent pas mais polygonisent . les métaux qui polygonisent sont supposés contenir des dislocations non dissociées , de sorte que la polygonisation est facilitée . En fait, la polygonisation clairement définie semble se produire seulement quand la température est suffisamment haute pour le fluage stationnaire . D'autre part, la polygonisation n'est pas évidente dans les métaux supposés contenir des dislocations dissociées . Dans le cuivre elle est très lente à 400°C. et dans le plomb aux essais à la température ordinaire, tandis que dans le fer γ la polygonisation est plus lente que dans le fer α . Les métaux dans lesquels la polygonisation est lente recristallisent éventuellement . (48.49.50). Retenons que l'aluminium polygonise .

Les diagrammes obtenus au cours du fluage par les méthodes de Schulz et Laue en réflexion montrent que la polygonisation évolue par création de sous blocs de plus en plus petits . Ces derniers ont tendance à se tenir dans deux ou trois blocs . La Fig. (52)montre la tendance à la polygonisation après 1,25 % d'allongement . La polygonisation se révèle mieux après 2,3 % d'allongement Fig. (53) et la subdivision continue après 4 % et 7,7 % Fig. (34 et 54). Ces résultats sont également confirmés par les diagrammes de Laue en réflexion Fig. (55 - 58) . Ces diagrammes sont obtenus à partir de l'E : 342, ce qui confirme également le résultat donné par l'E : 323.

Fig. 52

Diagramme de Schulz après 1,25 % d'allongement de l'E 3%.

Fig. 53

Diagramme de Schulz semblable au précédent après 2,3 % d'allongement.

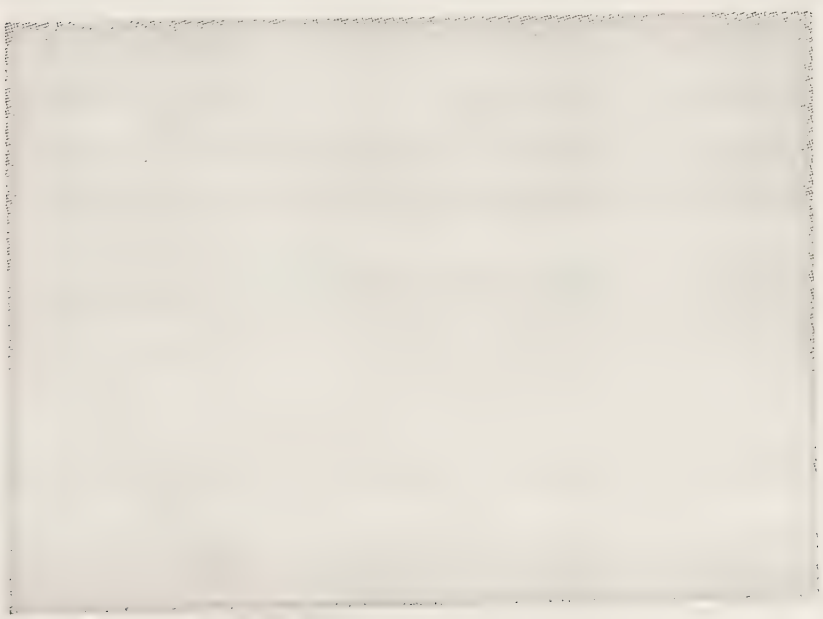


Fig. 54

Même diagramme après 7,7 % d'allongement

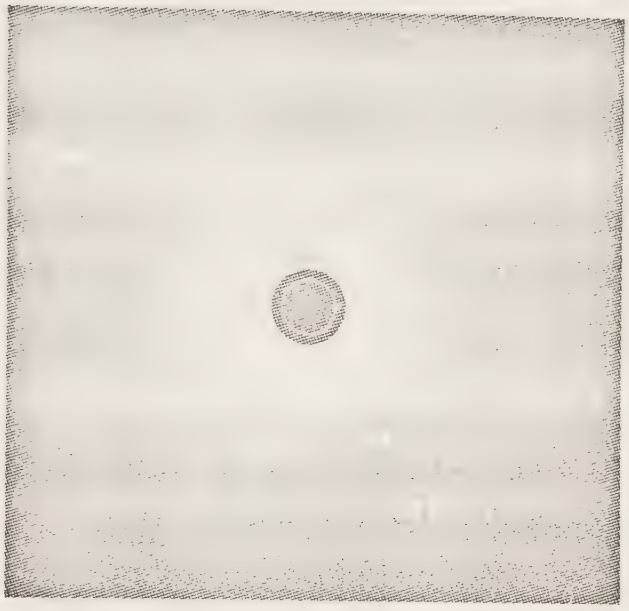


Fig. 55 - 56

Après 2,3 % d'allongement (E : 342).

Fig. 57 - 58

Après 4 % d'allongement (E : 342).

Au cours du fluage ∝ les seules dislocations qui exigent un minimum d'énergie d'activation sont celles qui se déplacent dans les plans de glissement et franchissent des obstacles . Mais au cours du fluage à haute température les dislocations coin peuvent monter.

Au début du fluage la déformation totale est la somme des déformations individuelles des cristaux (51), c'est-à-dire qu'il n'y a pas de glissement aux frontières.

D'après HANSON et WHEELER (51) au début du fluage les frontières ne glissent pas . Dans les conditions de nos essais (gros grains, très faible vitesse de fluage) nous avons observé le glissement aux joints après 1,25 % d'allongement (E : 342 Fig. 32) et après 2 % d'allongement (E: 323 Fig. 46).

Dans nos conditions d'essais (très faible vitesse et très gros grain, t = 228°C) nous avons pu observer après seulement 1,25 % d'allongement de l'E: 342 et après 2 % d'allongement de l'E : 323 que certaines frontières ont glissé Fig. (32,46) . Ce qui veut dire qu'à haute température de fluage, pour les éprouvettes à gros grains, étirées à faible vitesse, le domaine considéré par HANSON et WHEELER doit être situé avant cette valeur d'allongement (1,25 %). La Fig. (32) montre aussi les bandes de glissement dans les grains.

WOOD et RACHINGER (52) ont fait les essais sur les échantillons d'aluminium à une vitesse de 0,1%heure aux températures de 20-150-200-250°C. Ces échantillons sont étirés jusqu'à 9 % . Ils ont confirmé que plus la température augmente, plus le taux de glissement dans les grains diminue, de sorte qu'à la température de 250°C ils n'ont pratiquement pas observé de bandes de glissement, mais par contre le glissement des joints de grain a lieu et la déformation des grains se produit sous forme de construction de sous grains .

Nous avons déjà vu pour le fluage à déformation lente (E : 342) et pour le fluage à déformation rapide (E : 341) que

le nombre de bandes de glissement est plus élevé quand la vitesse de déformation augmente, et que la frontière par contre glisse moins. En comparant ces résultats à ceux des auteurs on peut dire que :

a) L'augmentation de vitesse provoque la création de bandes de glissement dans les grains . Elle est défavorable au glissement des frontières.

b) L'augmentation de température réduit le nombre de bandes de glissement dans les grains .

Nous avons observé après 1,25 % pour l'E: 342 Fig. (32) et 2 % pour l'E : 323 Fig. (59,46) des bandes de glissement dans les grains aussi bien que le glissement des frontières .

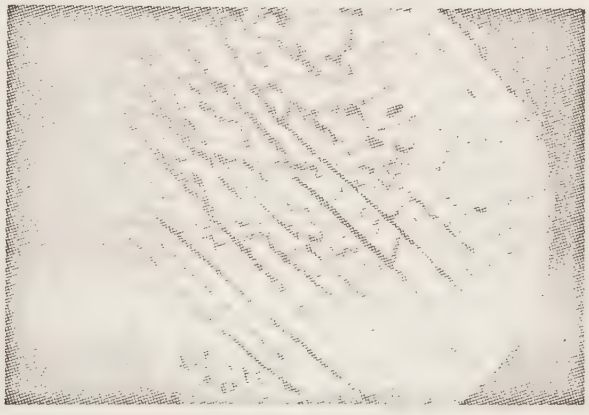


Fig. 59 x 150

Grandes bandes de glissement dans le grain, après 2 % d'allongement. (E: 323) .

La vitesse de déformation dans les conditions d'essais faits par les auteurs est 0,1 % heure. Elle est environ 20 fois plus élevée que celles des E : 342 et E : 323 ($0{,}53 \times 10^{-2}$ % heure et $0{,}60 \times 10^{-2}$ % heure respectivement).

D'autre part, la température de nos essais (228°C) diffère de 28°C de celle qui a été choisie par les auteurs cités (200°C). Ils ont observé peu de bandes de glissement dans les grains après 9 % d'allongement, tandis qu'après 7,7 % tous les grains de nos éprouvettes ont glissé.

Or, la vitesse de nos essais plus lente que celle des auteurs ainsi que la température choisie (plus élevée que celle des auteurs) ont pour effet de diminuer la probabilité d'observer les bandes de glissement .

Mais l'explication de la différence des résultats se trouve dans le fait que les grains de nos éprouvettes ont un diamètre 50 fois supérieur à celui des éprouvettes utilisées par les auteurs.

En conclusion ,le rôle de la dimension du grain a compensé et même largement supplanté ceux de la vitesse et de la température.

Les bandes de glissement .

1/ Rôle de la température .

L'importance de la température est considérable. Nos propres essais ont montré qu'une différence de seulement 15 degrés C. changent totalement la courbe de fluage (Fig. 18). Ces résultats très marqué est confirmé notamment par WOOD et RACHINGER (52). Ils ont en effet présenté deux micrographies très frappantes d'éprouvettes d'aluminium ayant subi un fluage respectivement à 200°C. et 250°C . La différence de structure y est considérable : il n'y a pratiquement pas de bandes de glissement à 250°C et elles sont au contraire très denses et profondes à 200°C.

2/ Rôle de la vitesse de fluage.

D'après Mc LEAN (53), au cours du fluage à 200°C. sous une contrainte de 0,8 kgp/mm^2 il se forme de grandes bandes de glissement . Leur distance est de 30 μ , leur hauteur de marche 3 μ . Il se produit ensuite, en continuant le fluage , des pliages perpendiculaires aux bandes ou des cellules de polygonisation.

Pour une vitesse de fluage $\dot{\varepsilon}$ = 0,53. 10^{-2} % heure imposée à l'éprouvette 342 soumise à une contrainte de 0,55 kgp/mm^2, nous

observons aussi une distance moyenne entre les bandes de 40 μ.

A la suite des observations que nous venons de faire dans les paragraphes 1 et 2 ci-dessus nous pouvons conclure :

La température que nous avons utilisée qui est de 28°C . supérieure à celle qui a été utilisée par Mc LEAN, a pour effet d'augmenter la distance entre les bandes de glissement . De même la contrainte plus faible appliquée à nos éprouvettes a aussi pour effet d'élargir la distance entre les bandes . Or, la différence de cette distance avec celle observée par Mc LEAN n'est que 10 μ environ . On s'attendrait à observer une différence bien plus considérable d'après les observations de WOOD RACHINGER.

On explique la faiblesse de cette différence par le fait que les grains de nos éprouvettes ont un diamètre moyen 20 fois supérieur à celui des éprouvettes de Mc LEAN . On peut donc en conclure que nos expériences montrent que la distance entre les bandes de glissement diminue quand le diamètre du grain augmente .

3/ Les bandes de glissement fines.

Le glissement dû aux bandes de glissement est ε_{bg} , aux frontières ε_f. Le glissement total est ε_t. La différence $\varepsilon_t - (\varepsilon_{bg} + \varepsilon_f)$ est due aux bandes de glissement fines (53, 54) .

Ces bandes fines sont responsables de la moitié de la déformation totale . Elles se produisent dès le début du fluage . Il fallait donc signaler leur importance . Mc LEAN a trouvé que les bandes fines sont espacées de moins d'un micron avec des marches de 50 à 500 Å .

A vitesse de déformation rapide on a également observé des bandes sinusoïdales de glissement dans deux directions ou plus, de distance élevée mais de marche très petite Fig. (60).

On a étudié l'évolution de trois grains A, B et C au cours du fluage . Les joints de ces trois grains forment un point triple Fig. (61)

Fig. 60 x 100

Un autre aspect des bandes de glissement dans les grains de l'E : 3% après 3,4 % d'allongemen

Fig. 61

Disposition initiale et forme des joints des trois grains A,B,C. formant le point triple.

D'après les diagrammes de Laue les grains A et B ont eu des comportements semblables . Les figures 62 à 65 sont les diag - rammes du grain A . La déformation du grain C est très différete (Fig.66-69)

Les diagrammes des grains A et B montrent précisément la subdivision des grains en petits blocs assez désorientés, car ils tendent à donner un début de cercle Debye-Scherrer après 12,5 % d'allongement tandis que le grain C à ce stade ne présente pas une polygonisation importante . On peut dire que la différence d'orien tation de ces grains par rapport à l'axe de traction est la cause de cette différence très importante . Une partie de cette différen provient de la forme des joints, entourant le grain C, qui sont plu favorables au glissement, et celui-ci atténue une fraction de la force appliquée . La Fig. (70) montre un glissement plus important

de la frontière entre (A,B) et C.

Nous avons calculé la dimension du sous-bloc dans le grain A (Fig. 61) après 4 % , 7,5 % et 12, 5 % d'allongement de l'éprouvette 323.

On a utilisé la méthode de Laue en retour . Le point d'impact du faisceau de rayons X sur l'échantillon a une forme elliptique . La surface S de ce point d'impact est égale à

$$S = \pi \frac{a}{2} \times \frac{b}{2}$$

a et b étant les axes de l'ellipse .

On a mesuré :

$$a = 1{,}52 \text{ mm et } b = 1{,}09 \text{ mm.}$$

d'où $S = 1{,}40 \text{ mm}^2$.

à 4 % le nombre de taches comptées sur le film varie entre 30 et 60 .

La surface réfléchie par un sous-bloc varie donc entre

$$s = \frac{1{,}40}{30} = 0{,}047 \text{ et } \frac{1{,}40}{60} = 0{,}024 \text{ mm}^2.$$

Donc le diamètre du sous-bloc varie entre

$$D = \underline{220} \text{ et } \underline{150} \quad \underline{\text{microns}}$$

à 7,5% , le nombre de taches varie entre 70 et 100

$$s = \frac{1{,}4020}{70} = 2 \times 10^4 \text{ et } 1{,}4 \times 10^4 \ \mu^2$$

$$D = \underline{140} \text{ et } \underline{120} \ \underline{\text{microns}}.$$

à 12,5 % le nombre de taches varie 140 - 180

$$s = 10^4 \text{ et } 8 \times 10^3 \ \mu^2$$

$$D = \underline{100} \text{ et } \underline{90} \ \underline{\text{microns}}$$

Fig. 62 après 2%

Fig. 63 après 4%

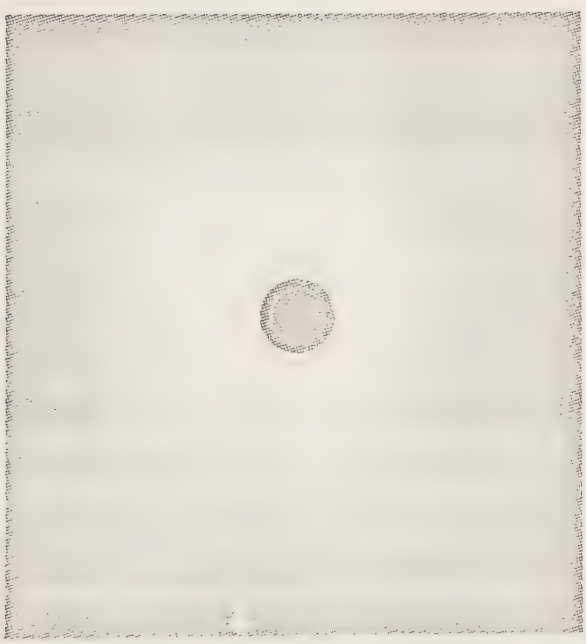


Fig. 64 après 7,5%

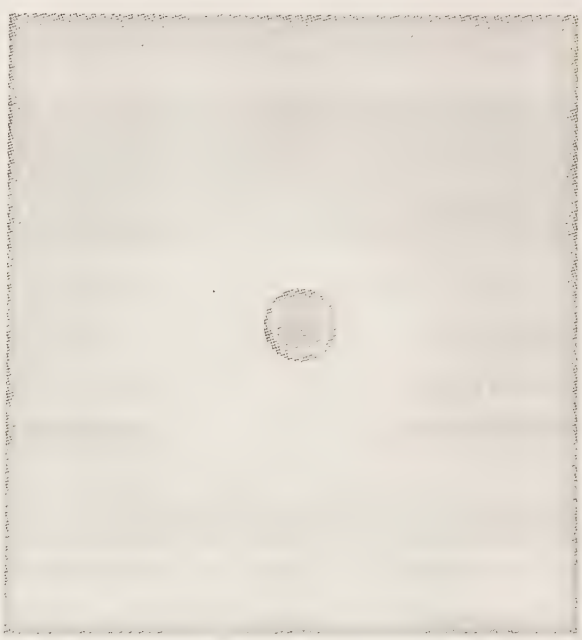


Fig. 65 après 12,5%

Diagramme de Laue en réflexion pour le grain A après 2,4,7,5 et 12,5% d'allongement de l'ép : 123.

Fig. 66

Fig. 67

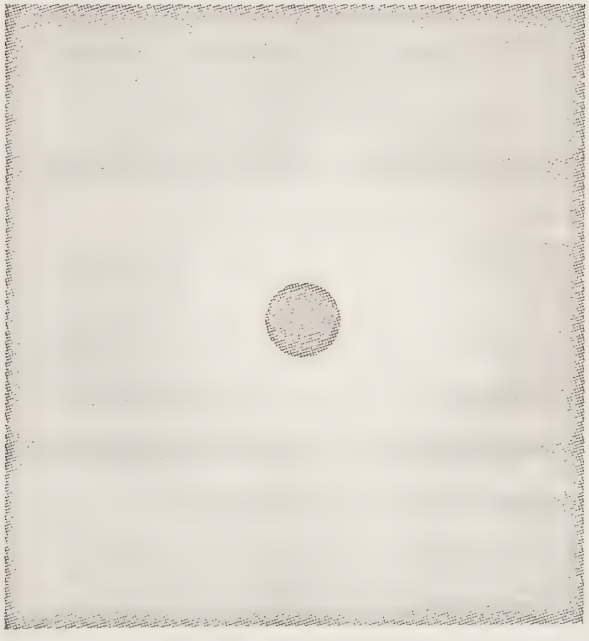


Fig. 68

Diagramme de Laue en réflexion pour le grain "e" après 2,4,7,5 et 12,5% d'allongement de 1'S.32.

Fig. 69

Ces dimensions d'ailleurs assez grandes, proviennent de la vitesse très faible du fluage choisi pour les éprouvettes.

Plus la vitesse de déformation diminue, plus la dimension du sous-bloc est grande, et même si elle est assez lente les grains du cristal ne se subdivisent pas (55).

La dimension des sous grains ne change pas beaucoup avec la grosseur du grain, mais diminue quand la vitesse de la déformation augmente (6).

Plus le fluage avance, plus la différence d'orientation entre les sous-blocs augmente . Ce qui s'exprime également sur le diagramme de Schulz par l'élargissement des parties blanches ou des chevauchements Fig. (52-53-34- 54).

Les sous grains ne se forment pas au cours du fluage primaire, mais au cours du fluage secondaire (56) . La polygonisation est principalement associée au deuxième stade du fluage (54) . Sur les diagrammes obtenus par les méthodes de Laue et Schulz , nous avons observé qu'après 2 % d'allongement, dans certains grains la polygonisation a lieu Fig. (62), tandis que dans certains autres il n'y a qu'une légère trace de polygonisation Fig. (66,71).

L'augmentation de la vitesse de déformation comme on peut le voir sur la Fig. (35) en la comparant à la Fig. (34), qui correspondent respectivement à des déformations de 3,4 % d'allongement avec une vitesse de 5 %/heure et 4 % d'allongement avec une vitesse de $0,53 \times 10^{-2}$ %/heure a pour conséquence un grand désordr dans le réseau avant que le cristal ne puisse se subdiviser . A faible vitesse les cristaux se subdivisent en sous blocs. Parallèlement, si on compare les diagrammes de Laue, Fig. (72) obtenus pour l'E : 341 à vitesse élevée et Fig. (62,63) pour l' E: 323 après 2 % et 4 % d'allongement respectivement , on voit que dans le premier cas les taches sont floues, grises et continues ; l'astérisme se produit pour une vitesse élevée tandis que dans le deuxième cas l'astérisme est discontinu la polygonisation a lieu.

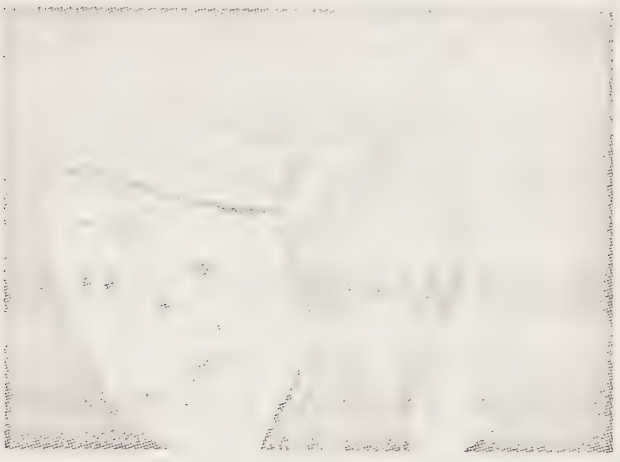


Fig. 70 x 150

glissement plus importa
de la frontière entre
(A,B) et C.

(c).

Fig. 71

Diagramme de Schulz
après 2% d'allongement
de l'E : 323.

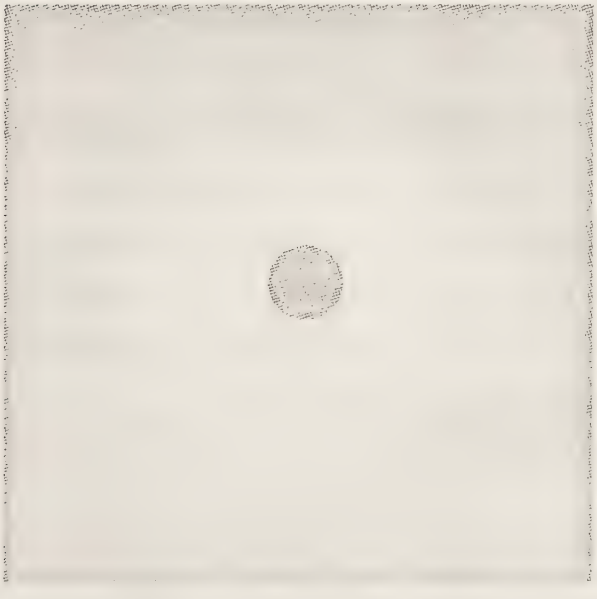


Fig. 72

Diagramme de Laue
après 3,4% d'allongement.
de l' E: 341.

La subdivision des grains jusqu'à 12, 5 % d'allongement sur l'E : 323 est observée Fig. (65,69) . KELLY et GIFKINS ont trouvé (36) qu'aux températures prises entre 200°C. et 300°C. la polygonisation n'est pas complète jusqu'à un allongement de 20 %.

La base de la théorie courante du fluage est que le glissement est attribuable aux mouvements des dislocations dans les plans de glissement, tandis que la polygonisation, ou formation des cellules, est associéé à la diffusion thermique des dislocations à partir des bandes de glissement pour former les frontières entre les unités de la sous-structure .

Mott (d'après 6) considère que les grandes bandes de glissement produites par l'avalanche des dislocations au début du fluage sont propres à la déformation rapide ; mais après , au cours du fluage, le glissement est produit par les dislocations individuelles.

Les bandes de déformation dans nos éprouvettes à gros grains ne sont pas facilesà observer . Par contre, la compensation géométrique se fait plutôt sous forme de changement de plans de glissement.

La déformation aux joints de grain au premier stade du fluage, mais après le domaine de HANSON et WHEELER , en général est considérablement plus grande que dans les grains, sauf pour les frontières qui ne sont pas situées de façon favorable . Puis au cours du fluage la déformation du grain augmente et parfois dépasse la déformation de la frontière .

En général le premier stade du fluage commence par le glissement aux joints et les grandes bandes de glissement dont la marche atteint parfois jusqu'à un micron, et pendant le fluage les sous structures interviennent . Cette formation des sous structures pour l' E : 342 a commencé à se révéler après 1,25 % comme le montre son diagramme de R.X. pris par la méthode de Schulz Fig. (52).

Le développement des sous structures augmente la résistance au fluage de l'éprouvette . C'est-à-dire qu'il la conduit vers le fluage stationnaire .

* *
*

CONCLUSION

On a étudié le comportement des grains eux - mêmes, de leurs frontières et de leurs rencontres en des " points triples ", au cours du fluage - restauration . On examine notamment les influences de la grosseur du grain, de la température et de la contrainte.

I - Déformation des grains au cours du fluage .

1/ Vitesse de fluage

a) Pour une contrainte donnée, la vitesse de fluage croît de façon générale avec la dimension du grain.

b) Une vitesse de fluage rapide (5 % h), déforme les grains sans leur laisser le temps de se restaurer. Après 3,4 % d'allongement les diagrammes X de Schulz présentent des taches floues et continues, c'est-à-dire de l'astérisme qui est la marque d'un écrouissage assez important.

Une vitesse de fluage faible ($0,5.\ 10^{-2}$ % h) permet au contraire à la polygonisation de se développer, ce qui se traduit par une ponctuation des taches de Schulz .

Ce résultat est confirmé en méthode de Laue par réflexion.

Il faut toutefois tenir compte de l'orientation. En effet, des essais à vitesse très lentes nous ont conduit à examiner la rencontre de trois grains en un point triple. Tandis que deux d'entre eux sont très déformés, au point de donner des cercles de Debye-Scherrer, le troisième l'est beaucoup moins . Dans cet exemple l'orientation du grain joue un rôle prépondérant .

c) La vitesse de fluage, pour une contrainte donnée, croît avec la pureté.

On a fait des essais sur deux séries d'éprouvettes dont les dimensions du grain sont du même ordre, mais qui diffèrent par leurs puretés.

Pour obtenir la même vitesse de fluage , on a dû appliquer une contrainte de 0,8 kgp/mm^2 aux éprouvettes les plus pures et 1,5 kgp/mm^2 aux éprouvettes les moins pures . La pureté des éprouvettes les plus pures atteint 99,95 % , celle des

moins pures, 99,5 % . Dans cette expérience l'ordre de grandeur de la dimension du grain est le même pour toutes les éprouvettes.

Les ségrégations d'impuretés aux joints diminuent la mobilité. Cette mobilité dépend encore de la nature des atomes d'impuretés.

2/ Glissement.

a) Le domaine du glissement est plus étendue dans les éprouvettes à gros grains. Dans les éprouvettes à petits grains, ce domaine ne s'étend que sur quelques millimètres à partir de la fracture. On a observé ce comportement en diffraction X et au microscope, à la fois sur les éprouvettes les plus pures et sur les éprouvettes les moins pures .

Ce résultat explique que les éprouvettes à gros grains ont un allongement à la rupture plus important que celui des éprouvettes à petits grains.

b) Quand on multiplie la vitesse de fluage par 1000, la distance entre les bandes de glissement est divisée par 10. Donc, quand on ne laisse pas le temps à la restauration de se produire dans les régions qui ont glissé , cès dernières durcissent et ce sont d'autres régions qui glissent.

3/ Résistance au fluage .

La résistance au fluage varie avec la dimension du grain: On a dû appliquer une contrainte de 3 kgp/mm^2 aux éprouvettes les moins pures à petits grains pour obtenir une vitesse de fluage égale à celle des éprouvettes de même pureté mais à gros grains

Il arrive toutefois que des éprouvettes à gros grains (environ 4 ou 5 mm de diamètre) aient une résistance au fluage supérieure à celle d'éprouvettes à grains légèrement moins gros .

On en a déduit que dans le cas des éprouvettes à gros grains les joints ne jouent plus qu'un rôle amoindri . L'état de perfection et l'orientation prennent davantage de l'importance.

II - Les frontières.

1/ Au cours du fluage lent on a observé la forme en dents de scie des frontières. Nous l'avons expliqué, suivant le point de vue de certains auteurs, en émettant l'hypothèse que cet aspect est dû à un état intermédiaire entre l'état déformé et l'état polygonisé.

2/ D'une façon générale, l'augmentation de la vitesse de fluage a un effet d'accroissement de déformation plus marqué sur le grain.

3/ Toutefois, suivant les conditions d'orientation et de position on assiste à une perturbation plus grande de la frontière ou du grain . Quand l'une cède, l'autre est moins déformé , et réciproquement.

4/ Plus la vitesse de fluage est rapide et plus la migration des frontières est importante, et réciproquement.

III - Les points triples.

Les grains qui se rejoignent en un point triple et dont les orientations sont différentes se déforment différemment.

Le fluage perturbe la région du point triple ou provoque le glissement des frontières composant ce point triple .

Fractures aux points triples :

1/ vitesse de fluage élevée :
Les fractures sont fines et longues.

2/ vitesse de fluage faible :

Les fractures sont courtes , ramifiées.
Elles s'étendent sur une surface plus importante de l'éprouvette .

- B I B L I O G R A P H I E -

1) PHILLIPS.F. ; Phil. Mag. 9, (1905) 513.

2) ANDRADE. E. N. DA C. ; Proc. Roy. Soc. [A] 84, (1910).

3) ANDRADE. E. N. DA C. ; Proc. Roy. Soc. [A] 90, (1914) 329.

4) COTTRELL. A. H ; " dislocation and Plastic flow in crystals ". (1953) 196.

5) FRIEDEL. J. ; " les dislocations ". (1956) 199,204, 213. Edt. Gauthier - Villars.

6) CHALMERS. B. et KING. R. ; " Progress in metals physics " (1956), 171,175,145,163. Pergamon Press Ltd - LONDON & NEW YORK.

7) BAILEY. R.W. ; J. Inst. Metals 35 (1926) 27.

8) MOTT. N.F. ; Phil. Mag. 44 (1953) 742.

9) Mc LEAN. D. ; " Mechanical Properties of Metals " (1962) 295,300,316,297, 306, 301.

10) NABARRO. F.R.N. ; Bristol Conf. Phs. Soc. LONDON (1948).

11) HERRING. C. ; J. Appl. Phys. 21 (1950) 437.

12) CAHN. R.W. ; University of Sussex, ENGLAND " Physical Metallurgy " (1970) 1009,985. North Holland Publishing Company AMSTERDAM LONDON.

13) OLEG D. SHERBY and PETER M. BURKE.
" Mechanical behavior of crystalline Solids at elevated temperature ".
Vol. 13 n°7 (1969). 343.

14) SMALLMAN. " Modern Physical Metallurgy "
(1963). 483,91,491.

15) L.G. SCHULZ. Jl. Met. 6 (1954), 1082.

16) W. BERG. Z. Krist., 89 (1934). 286.

17) A. GUINIER et J. TENNEVIN. Acta Cryst. 2, (1949). 133.

18) C.S. BARRETT.
" Structure of metals " (1952) and ed. 97.
NEW YORK. Mc GRAW HILL Book Co.

19) Presented at the Summer meeting (1953) of the American crystallographic Assoc.

20) A. GUINIER.
" Théorie et technique de la radiométallographie
(1956), 295 - 7 (DUNOD).

21) LUBAN J.D. and FELGAR.
" Plasticity and creep of metals "
(1961), 137,274. John Wiley & sons, Inc.,
NEW YORK - LONDON.

22) B. CHALMER.
" Metallurgie Physique " traduit par G. DONZE et D. DUTILLOY.
(1963), 172,174,111,176 (DUNOD PARIS).

23) " Creep and fracture of metals at hight temperature "
National Laboratory, Philosophical library, New York. Fig. 23, p. 125 (1957).

24) C. CRUSSARD.
"Etude phénoménologique du fluage"
Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société française de Métallurgie.
Paris (Octobre 1968) 338,340.

25) L.A. ROTHERHAM.
" Creep of metals " (1951) 18
LONDON - Inst. of Phys.

26) D. HANSON.
" Trans. Amer. Inst. Min. Metall. Engnrs. "
(1939), p 133 - 15.

27) P. SHAHINIAN and J.R. LANE.
" Amer. Soc. Metals. " (1953) 45,177.

28) C. CRUSSARD.
" C.R. Acad. Soc. "; 219 (1944) 681.

29) B. JAOUL.
" Etude de la plasticité et application aux métaux " .
(1965), DUNOD - Paris 509 (Fig: 9, 86).

30) Métaux - corrosion- industrie.
Vol. 46 n° 546 Fév. (1971) 48, 57.

31) N. F. MOTT.
Proc. Phys. Soc., (1948). 60, 391.

32) T.S. Kê .
Jl. Appl. Phys., (1949). 22, 274.

33) D. Mc. LEAN.
" Grain boumdaries in metals " (1957).
17,20,42,159.
Oxford at the clarendon Press.

34) R. SMOLUCHOWSKI.
Phys. Rev. (1952). 87, 482.

35) NAMDAR. R.
" Communication présentée aux journées d'Automne de la Soc. Fr. de Metall."
Paris. Oct. (1962). 887.

36) CHANG, H.C. and GRANT, N.J.
Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng.
194 (1952). 619-625

37) M. A. JASWON and A.J. E. FOREMAN.
Phil. Mag. (1952). 43, 201.

38) A.K. HEAD.
" Proc. Phys. Soc. " (1953). 66B , 793.

39) D.K. KUHLMANN - WILSDORF and H. WILSDORF.
" Acta. Met. " (1953). 1, 394.

40) R. VON MISES, Z . angew. Math. Mech. (1928) 7, 161.

41) G.I. TAYLOR, J. Inst. Metals. (1938) 62 , 307.

42) W. BOAS. and G.J. OGILVIE.
Acta. Mét. (1954) 2, 655.

43) K. LÜCKE and H. LANG.
Z. Metallk., (1952) 43, 55.

44) H.C. CHANG and N.J. GRANT.
T. A.I.M.E., (1953) 197, 1175.

45) RACHINGER. W.A.; J. Inst. Metals. 81 (1952-53) 33.

46) P. A. JACQUET.
Comptes Rendus, (1953) 273, 1248.

47) D. Mc. LEAN..
Rev. Metall. (1956) 53, 139.

48) WILMS. G.R. et WOOD. J.I.M., 81, (1952 - 3) 181.

49) LACOMBE. P. and BEAUJARD.
J. Inst. Meatls. 74, (1948).

50) GUINIER. A. and LACOMBE. P.
Métaux et Corrosion 23 (1948) 212.

51) HANSON. D. and WEELER. M. A.
J. Inst. Metals vol. 55 (1931) 229.

52) WOOD. W.A. and RACHINGER. W. A.
J. Inst. Metals vol. 77 (1950) 423.

53) Mc LEAN D.
J. Inst. Metals 80 (1951 - 52) 507.

54) Mc LEAN D.
J. Inst. Metals 81 (1952 - 53) 133.

55) WOOD. W.A., WILMS G.R. and RACHINGER. W.A.
J. Inst. Metals 79 (1951) 159.

56) Mc LEAN D.
J. Inst. Metals 81 (1952 - 53) 287.

* *
*